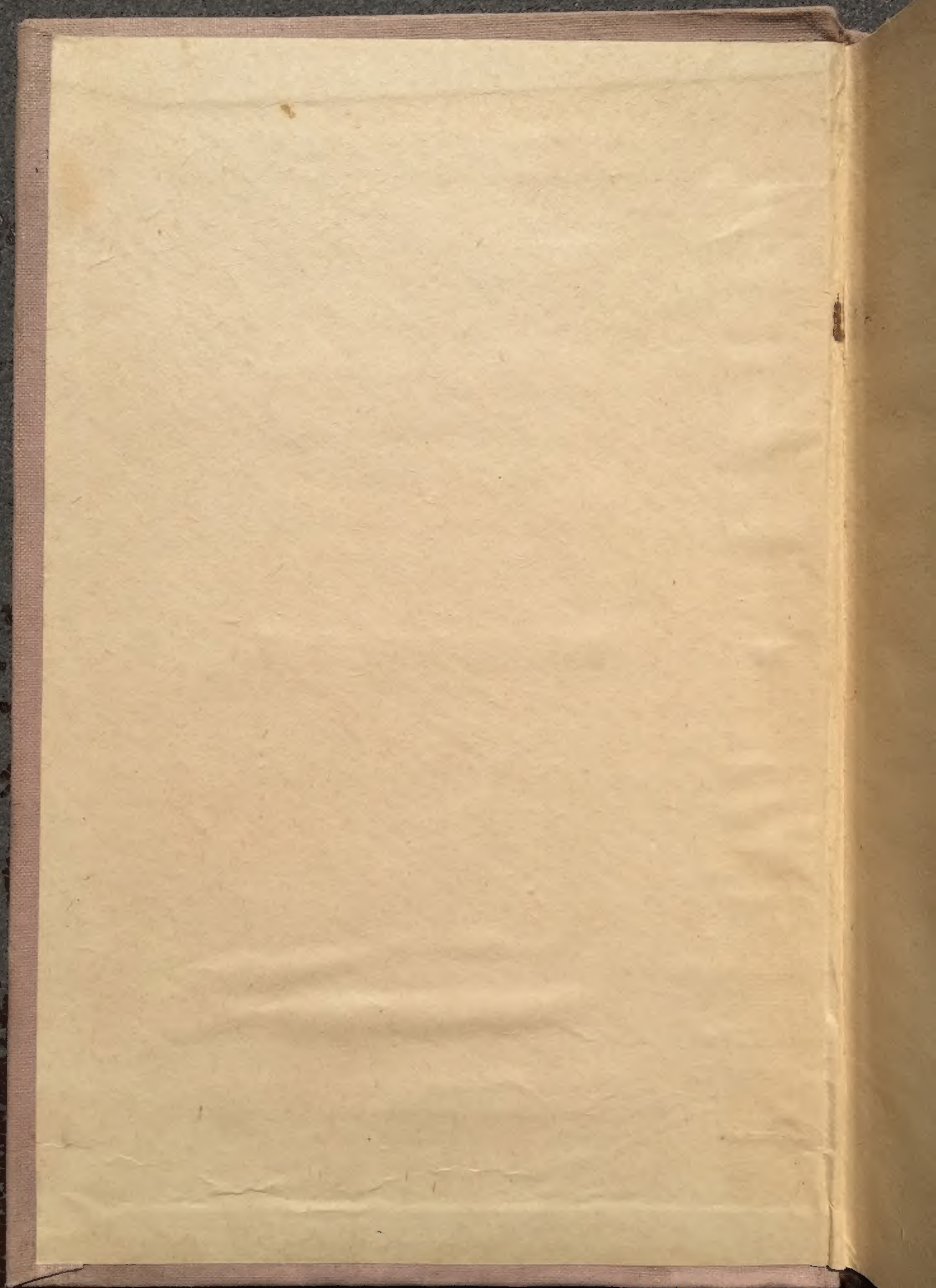
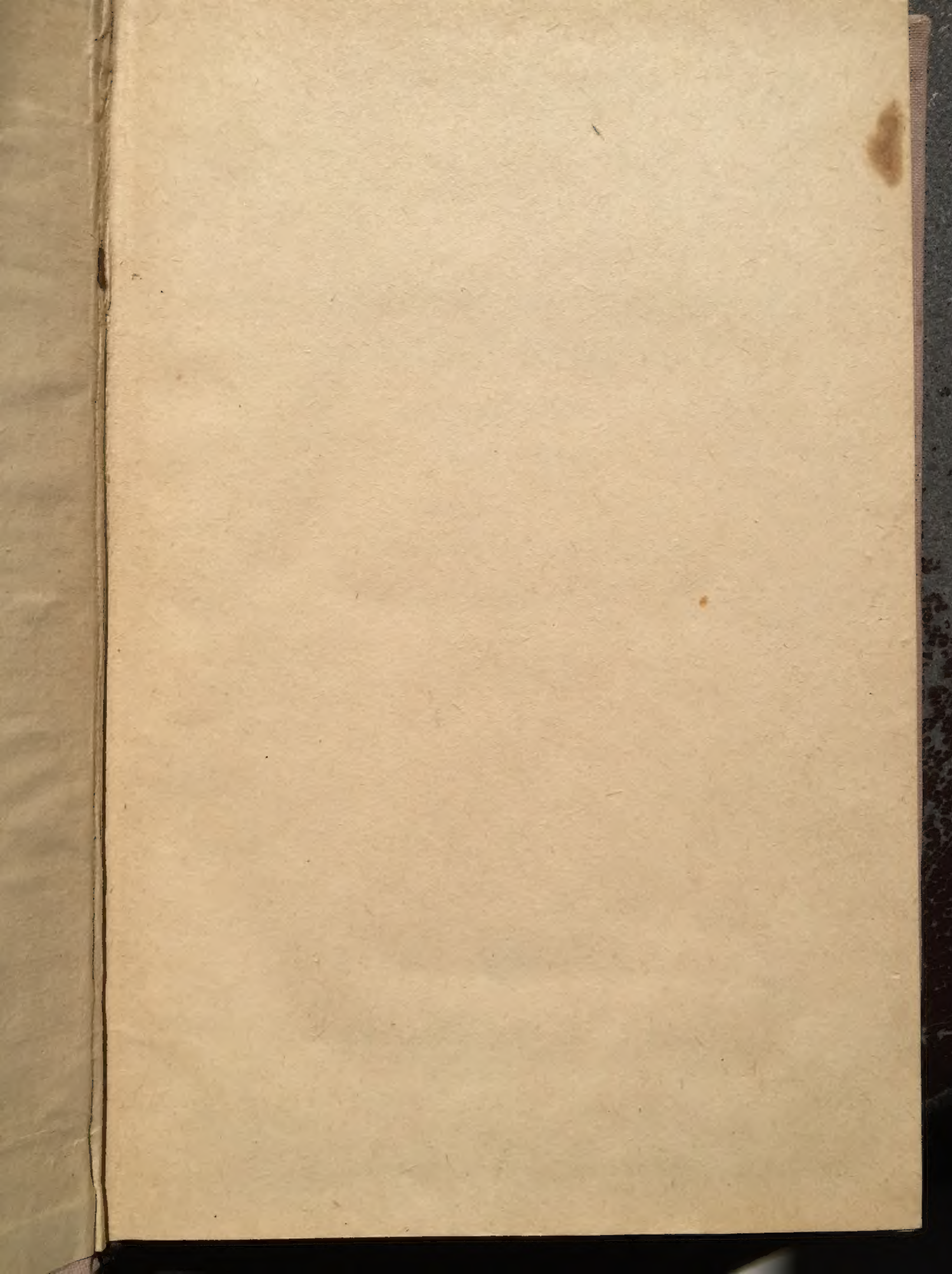


Г.С.ИНИХОВ и Н.П.БРИО

ХИМИЧЕСКИЙ
АНАЛИЗ
МОЛОЧНЫХ
ПРОДУКТОВ
(ПРАКТИКУМ)





Заслуженный деятель науки и техники
проф., д-р Г. С. ИНИХОВ
и научный сотрудник Н. П. БРИО

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

(ПРАКТИКУМ)

Часть первая

АНАЛИЗ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ

Допущено Министерством
высшего образования СССР
в качестве учебного пособия
для вузов пищевой
промышленности



ПИЩЕПРОМИЗДАТ

МОСКВА 1949

БЕЛЛА АННО-ЧУНХ
ДОТРАВОСН ДИНАСОН

ДОТОН РИДАН
ДОТРАВОСН ДИНАСОН

Молочная
крупную само
нигде во всем
приятный по п

Между эт
нитарный над
ции, стандар
роль на моло
боты в облас
ния сырья, го
из важнейши
молочный про
рикатов, гото
качеством мо
ная зависимо
кокачественн
построен на
химических р
лика. Выполни
на данных х
лока. Без би
ных товаров

Несмотря
ний в молоч
ного руково
сов, подлежа
ности.

Только
производст
лика этого
тером были
науки. Это

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

в книге Инихова и Брио «Анализ молочных продуктов»

Стр.	Строка	Напечатано	Следует читать
17	23 св.	0,1% жира, а крупное— целому проценту	0,1 г, а крупное 1 г жира в 100 мл молока
17	28 св.	3,4% жира	3,4 г жира в 100 мл
29	5 св.	0,01 мл N	0,01 мг N
53	12 св.	$\text{Cu}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{SO}_4)$	$\text{Cu}_2\text{O} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
68	11 св.	содержащегося в 1 мл 10γ	содержащего в 1 мл 100γ
78	19 св.	1 P_2O_5	$\frac{1}{4} \text{P}_2\text{O}_5$
87	15 св.	$x = 100 - \frac{b-a}{e} 100$	$x = \frac{b-a}{e} 100$
105	10 св.	$\text{pH} = \lg x$	$\text{pH} = -\lg x$
128	6 св.	трихлорида	хлористого иода
140	5 св.	на зарубке	на третьей зарубке
158	10 св.	считается началом свертывания	считается началом опыта
162	33 св.	от степени загрязненности фильтрата	от степени загрязненности фильтра
235	21 св.	$\frac{b+4e}{S}$	$\frac{b+4e}{5}$
298	табл. 57 колонка 3 и 7	$\text{NaHPO}_4; \text{NO}_2\text{HPO}_4$	Na_2HPO_4
299	35 св.	Установка титра 0,01 N раствора соли Мора (3,92 г на 1 л) производится	Установка титра раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола производится

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Предисловие	3
-----------------------	---

ЦЕЛЬНОЕ КОРОВЬЕ МОЛОКО

I. Общие правила отбора и сохранения образцов молока для анализа	5
1. Отбор проб молока в местах его получения, переработки и отпуска потребителям	8
а) В местах получения — на животноводческих фермах	8
б) На сливных пунктах и низовых заводах	9
в) На сепараторных пунктах, маслодельных заводах	11
г) На молочных заводах	11
д) В местах отпуска и продажи молока	12
е) Взятие пробы молока, подозреваемого в фальсификации	13
2. Хранение и транспортировка проб молока	13
3. Подготовка проб молока к анализу	13
II. Химическое исследование составных частей молока	14
1. Определение жира	14
а) Кислотный метод	14
б) Щелочные методы («сальные»)	19
в) Бесцентрифужный метод Инихова	21
г) Весовой метод	22
2. Определение белковых веществ	23
а) Определение общего количества белков	23
б) Определение казеина	29
в) Определение альбумина (альбуминной фракции)	32
г) Определение отдельных азотистых веществ	34
д) Определение азота аминокислот	36
3. Определение альдегидного числа молока	42
4. Определение молочного сахара	42
а) Рефрактометрический метод	42
б) Химические методы	50
5. Определение золы	55
6. Определение кальция, магния, калия и натрия	56
а) Определение окиси кальция	57
б) Определение окиси магния	59
в) Определение общего количества щелочных металлов	60
г) Определение калия (в форме K_2O)	60
д) Определение натрия (в форме Na_2O)	63

7.	Определение железа	63
8.	Определение хлоридов	65
9.	Определение хлорсахарного числа	66
10.	Определение лецитина	66
11.	Определение иода	67
12.	Определение молочной кислоты	68
13.	Определение серной кислоты	70
14.	Определение лимонной кислоты	71
15.	Определение фосфорной кислоты	75
	а) Общее количество	75
	б) В неорганических и органических соединениях молока	78
16.	Определение молочной и летучих жирных кислот	79
17.	Определение сухого остатка молока	86
18.	Определение сухого обезжиренного остатка молока	88
19.	Определение растворимых составных частей молока	91
20.	Определение щелочности золы	91
21.	Определение кислотности	91
	а) Градусы кислотности	91
	б) Определение «активной» кислотности (концентрации водородных ионов)	96
III. Исследование биохимических свойств молока		108
1.	Взятие пробы	108
2.	Определение свежести молока двойным титрованием — метод Королева и Панфилова	108
3.	Градусы свежести по Инихову	109
4.	Ализароловая проба	110
5.	Бромтимоловая проба	110
6.	Проба на кипячение	111
7.	Кисотно-кипятильная проба — метод Войткевича	111
8.	Алкогольная проба	112
9.	Алкогольное число	113
10.	Кислотная проба	113
11.	Определение каталазы	117
12.	Редуктазная проба	119
13.	Определение пероксидазы	121
14.	Лактоальбуминовая проба	121
15.	Определение длительной пастеризации молока	122
16.	Определение амилазы	122
17.	Проба на брожение	124
18.	Сычужно-бродильная проба	126
19.	Лейкоцитная проба	127
20.	Открытие крови и гноя	128
21.	Аммиачная проба	128
22.	Витамины	128
	а) Определение витамина С	131
	б) Определение каротина (провитамина А)	133
	в) Определение каротина упрощенным методом Слесаревой	134
	г) Определение витамина А	135
IV. Исследование физико-коллоидных свойств молока		135
1.	Определение плотности молока	140
2.	Определение плотности свернувшегося молока	141
3.	Определение плотности сухого остатка молока	141
4.	Определение коэффициента преломления	142
5.	Определение температуры замерзания — метод криоскопии	146
6.	Определение электропроводности	151
7.	Определение вязкости в вискозиметре	152
8.	Определение поверхности натяжения сталагмометрическим методом	317

9. Определение числа и величины жировых шариков	152
10. Определение теплоемкости	157
11. Определение сычужной свертываемости молока	158
12. Определение желатинизации молока методом Ионина	158
13. Определение стойкости молока при нагревании	158
14. Определение буферности и буферной емкости	159
15. Определение изоэлектрической точки белков молока	160
16. Определение посторонних веществ и примесей в молоке	160
17. Установление наличия консервирующих веществ	163
18. Открытие соды	163
19. Открытие борной кислоты и буры	164
20. Открытие формалина	165
21. Открытие салициловой кислоты	166
22. Открытие двухромовокалиевой соли	166
23. Открытие перекиси водорода	166
24. Открытие бензойной кислоты	167
25. Открытие крахмала или муки	168
26. Открытие свекловичного сахара	169
27. Открытие азотнокислых солей	169
28. Открытие красящих веществ	170
29. Микроскопическое исследование молока	170
30. Определение мышьяка	172
31. Открытие примеси другого рода молока	174
32. Открытие козьего молока	175
33. Открытие женского молока	176
34. Открытие фальсификации молока	176
а) Разбавление молока водой	176
б) Поднятие жира или разбавление обезжиренным молоком	179
в) Одновременное поднятие жира и разбавление водой	181
г) Прибавление пахты, сыворотки	183
д) Прибавление посторонних веществ	183
35. Молоко овцы	183
36. Молоко шоколадное и молоко с кофе	184

ОБЕЗЖИРЕННОЕ МОЛОКО

1. Отбор пробы	185
2. Определение жира	185
3. Определение плотности	186
4. Определение других составных частей и физических свойств	188

ПАХТА

1. Взятие пробы и подготовка для анализа	189
2. Определение жира	189
3. Определение других составных частей и физических свойств	189

СЫВОРОТКА

1. Взятие пробы	190
2. Определение жира	190
3. Определение сухого остатка	190
4. Определение других составных частей	191

ЖЕЛЕ

1. Взятие пробы	192
2. Определение процента жира	192
3. Определение свекловичного сахара	193

КИСЕЛЬ МОЛОЧНЫЙ ИЛИ СЫВОРОТОЧНЫЙ

193

МОЛОЧНЫЙ КВАС

193

СЛИВКИ

1. Взятие пробы	194
2. Определение кислотности	195
3. Определение процентного содержания жира	196
4. Определение жира в гомогенизированных сливках	199
5. Определение белков, молочного сахара и пр.	200
6. Определение выхода сливок	200
7. Определение степени обезжиривания молока	200

МОРОЖЕНОЕ

1. Отбор и подготовка проб к анализу	201
2. Определение содержания жира	202
3. Определение процентного содержания сухих веществ	202
4. Определение свекловичного сахара	204
5. Определение процентного содержания белковых веществ	206
6. Определение кислотности	206
7. Определение взбитости мороженого	208
8. Определение вязкости и поверхностного натяжения	209
9. Определение степени эмульгации жира в смеси	209

КИСЛО-МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

I. Простокваша	210
1. Отбор образцов и подготовка проб для анализа	210
2. Определение кислотности	210
3. Определение процентного содержания жира	210
4. Определение других составных частей	211
II. Кефир и кумыс	211
1. Отбор образцов и подготовка проб к анализу	211
2. Определение кислотности	211
3. Определение процентного содержания жира	212
4. Определение плотности	212
5. Определение азотистых веществ	212
6. Определение содержания спирта	213
7. Определение других составных частей	216
8. Определение углекислоты	216
III. Закваски молочнокислых бактерий	218
1. Определение кислотности	218
2. Определение чистоты закваски	218
3. Определение ацетилметилкарбинола (ацетонна) вместе с диацетилом	218
4. Определение диацетила и ацетонна в отдельности	219
5. Определение содержания летучих кислот	219
6. Определение содержания отдельных летучих кислот	220
7. Определение содержания эфиров	220
IV. Сметана	220
1. Отбор и подготовка проб к анализу	220
2. Определение процентного содержания жира	221
3. Определение кислотности	221
4. Определение содержания других составных частей	221

3 9

V. Творог, творожная масса, сырки, торты	222
1. Отбор образцов и подготовка проб к анализу	222
2. Определение кислотности	222
3. Определение процентного содержания воды	222
4. Определение процентного содержания жира	224
5. Определение процентного содержания поваренной соли	225
6. Определение процентного содержания свекловичного сахара	226
7. Определение присутствия сахара	227

VI. Сухой творог	227
----------------------------	-----

МОЛОЧНЫЕ КОНСЕРВЫ

I. Отбор проб	228
-------------------------	-----

II. Сгущенное молоко с сахаром	228
--	-----

1. Взятие проб для анализа	228
2. Подготовка пробы для анализа	229
3. Определение процентного содержания воды	229
4. Определение процентного содержания сухого остатка	232
5. Определение процентного содержания жира	232
6. Определение процентного содержания свекловичного и молочного сахаров	232
7. Определение общей кислотности	242
8. Определение общего количества белковых веществ	242
9. Определение процентного содержания минеральных веществ (зола)	242
10. Определение концентрации сахарозы	242
11. Определение плотности	242
12. Определение вязкости	243
13. Определение количества и величины кристаллов молочного сахара	247

III. Сгущенное молоко с кофе и какао	248
--	-----

1. Подготовка пробы	248
2. Определение процентного содержания жира	248
3. Определение кислотности	249

IV. Сгущенное обезжиренное молоко с сахаром	249
---	-----

1. Взятие пробы	249
2. Подготовка пробы для анализа	250
3. Определение процентного содержания воды	250
4. Определение кислотности	251
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	251
6. Определение концентрации сахарозы	252

V. Сгущенные сливки с сахаром	252
---	-----

1. Взятие пробы и подготовка ее анализа	252
2. Определение процентного содержания воды	253
3. Определение процентного содержания жира	253
4. Определение кислотности	253
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	253

VI. Стерилизованное сгущенное молоко	255
--	-----

1. Взятие и подготовка проб для анализа	255
2. Определение процентного содержания воды, жира, белков, молочного сахара, кислотности	255

VII. Сухое цельное молоко	256
-------------------------------------	-----

1. Взятие и подготовка проб для анализа	256
2. Определение процентного содержания воды	256
3. Определение процентного содержания жира	257
4. Определение общей кислотности	257

5. Определение процентного содержания молочного сахара	258
6. Определение растворимости	259
7. Определение процентного содержания общего количества белков	261
8. Определение золы	261

VIII. Сухое обезжиренное молоко	261
---	-----

IX. Сухие сливки с сахаром и без сахара	262
---	-----

1. Отбор и подготовка проб для анализа	262
2. Определение процентного содержания воды	262
3. Определение процентного содержания жира	263
4. Определение кислотности	263
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	263
6. Определение герметичности жестяных банок	265
7. Определение стерильности	265
8. Открытие консервирующих и посторонних веществ	266

МОЛОЧНЫЕ СОЛОДОВЫЕ ПРОДУКТЫ

I. Солод	267
--------------------	-----

1. Определение процентного содержания воды	267
2. Определение диастатической силы	267

II. Солодовый экстракт	269
----------------------------------	-----

1. Определение окончания процесса осоложивания	269
2. Определение процентного содержания сухого остатка	269
3. Определение кислотности	270
4. Определение процентного содержания мальтозы	270
5. Определение процентного содержания декстринов	270

III. Солодовое молоко	271
---------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	271
2. Определение процентного содержания жира	273

IV. Солодовое суфле	273
-------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	273
2. Определение процентного содержания жира	273
3. Определение процентного содержания свекловичного сахара	274

V. Сгущенное солодовое молоко	276
---	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	276
2. Определение процентного содержания жира	276
3. Определение процентного содержания свекловичного сахара	276

VI. Сухое солодовое молоко	277
--------------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания воды	277
2. Определение процентного содержания жира	277
3. Определение общей кислотности	278
4. Определение процентного содержания золы	278
5. Определение процентного содержания белков	278
6. Определение общего количества углеводов	278

VII. Сухой солодовый сахар	279
--------------------------------------	-----

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

I. Атомные веса элементов	304
II. Нормальный вес (в г) соединений, встречающихся в анализе	305

III. Процентное содержание серной кислоты при различной плотности ее	307
--	-----

IV. Процентное содержание азотной кислоты при различной плотности ее	308
V. Процентное содержание соляной кислоты при различной плотности ее	309
VI. Процентное содержание аммиака при различной плотности его растворов	309
VII. Процентное содержание едкого натрия при различной плотности его растворов	309
VIII. Процентное содержание хлористого натрия при различной плотности его растворов	310
IX. Процентное содержание хлористого кальция при различной плотности его растворов	310
X. Процентное содержание спирта при различной плотности его растворов	311
XI. Пересчет количества меди на сахарозу	313

Рект.
14760
Объем

ПРЕДИСЛОВИЕ

Молочная промышленность в Советском Союзе развилась в крупную самостоятельную отрасль народного хозяйства, при чем нигде во всем мире не существует такого цельного комплекса мероприятий по повышению качества молочной продукции, как у нас.

Между этими мероприятиями (молочно-масляная инспекция, санитарный надзор получения молока и выработки молочной продукции, стандарты, ведомственные инструкции, техно-химический контроль на молочных предприятиях и т. д.) видное место занимают работы в области химических исследований. Повседневные исследования сырья, готовой продукции и материалов производства — одно из важнейших условий успешной работы промышленности. Ни один молочный продукт не вырабатывается без анализа сырья, полуфабрикатов, готовой продукции и материалов производства. Между качеством молочной продукции и сырьем существует настолько тесная зависимость, что без контроля последней нельзя получить высококачественные товары. Контроль всего молочного производства построен на данных аналитических исследований, и поэтому роль химических работ в этой отрасли промышленности чрезвычайно велика. Выполнение закона о молокопоставках основывается также на данных химического контроля, характеризующего качество молока. Без биохимических показателей не обходится оценка молочных товаров при суждении о пригодности их для целей питания.

Несмотря на такую исключительную роль химических исследований в молочной промышленности, до настоящего времени нет учебного руководства или пособия, освещающего комплекс всех вопросов, подлежащих разрешению химика-аналитика этой промышленности.

Только в Советском Союзе осуществляется контроль молочного производства по жиробалансу и у нас же проработана вся методика этого дела. Вот почему необходимо такое руководство, в котором были бы приведены методы исследований нашей Советской науки. Это и является задачей настоящего руководства.

Вместе с тем авторы книги поставили целью дать учебное руководство по химическому анализу в молочной промышленности для студентов вузов, техникумов и пригодное в качестве пособия для химиков, лаборантов, санитарных врачей, молочных и пищевых лабораторий и заводов.

Все руководство разбивается на две части: часть I охватывает анализ молока и молочных продуктов, молочнокислых продуктов и молочных консервов, часть II — анализ масла, сыра, материалов и припасов производства, контроль реактивов, аппаратуры, организацию специальных молочных лабораторий и ряд других вопросов, связанных с молочной промышленностью. Руководство должно дать все химико-аналитические сведения, необходимые в работе химика и лаборанта молочной промышленности. Материал в руководстве размещен по продукции и материалам производства, причем при повторении методов анализа делаются ссылки на предыдущие разделы.

Ссылки на литературу указаны цифрами, стоящими в скобках за названием метода или автора.

Описание приготовления реактивов вынесено в конец книги, в соответствующих местах сделаны ссылки с указанием номера, под которым стоит описание данного реактива.

Сущность метода дается там, где требуется объяснение методики для учащихся, причем эта теоретическая часть выделена мелким шрифтом.

В настоящее время исследование молока и молочных продуктов относительно очень богато разнообразными методами. Однако многие из них предложены без достаточной проверки, и помещение всех их в руководстве сильно осложнило бы пользование книгой. Поэтому в отношении выбора методов мы придерживались принципа дать минимальное количество их и только те, которые нами лично проверены и подтверждены работами ряда авторов. При относительно небольшом числе методов легче выбрать тот, который более пригоден для данных условий. Там, где у нас имелся материал, указывается точность метода.

Москва, 1949 г.

АВТОРЫ

Для
все пере
Молж
нм мут
чтсбы во

ЦЕЛЬНОЕ КОРОВЬЕ МОЛОКО.

I. ОБЩИЕ ПРАВИЛА ОТБОРА И СОХРАНЕНИЯ ОБРАЗЦОВ МОЛОКА ДЛЯ АНАЛИЗА

Средний образец должен отражать качественную характеристику всей партии молока. Анализ не представляет ценности, если образец молока отобран неправильно.

Правильный отбор образцов молока для исследования затрудняется быстрым отстаиванием жира, делающим молоко неоднородным в верхних и нижних слоях, и уплотнением отстоявшегося слоя сливок.

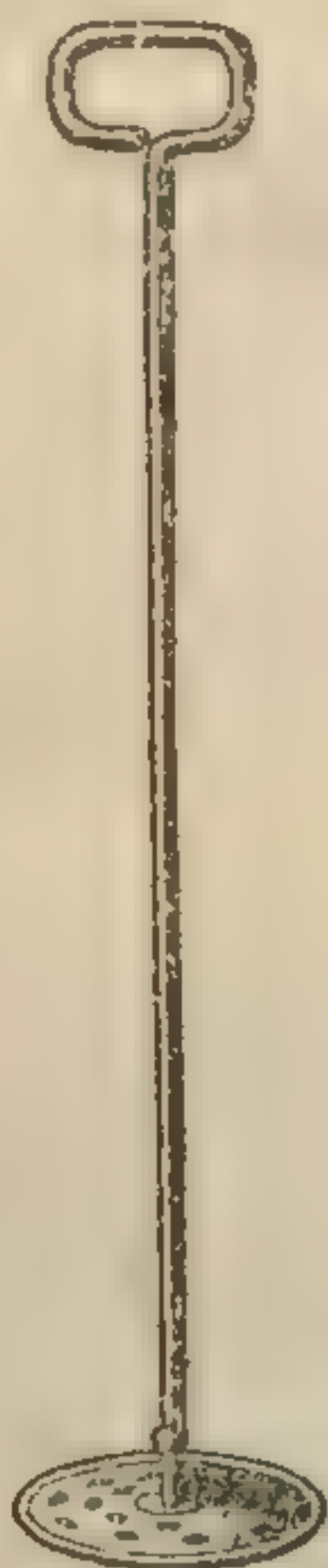


Рис. 1.
Мутовка

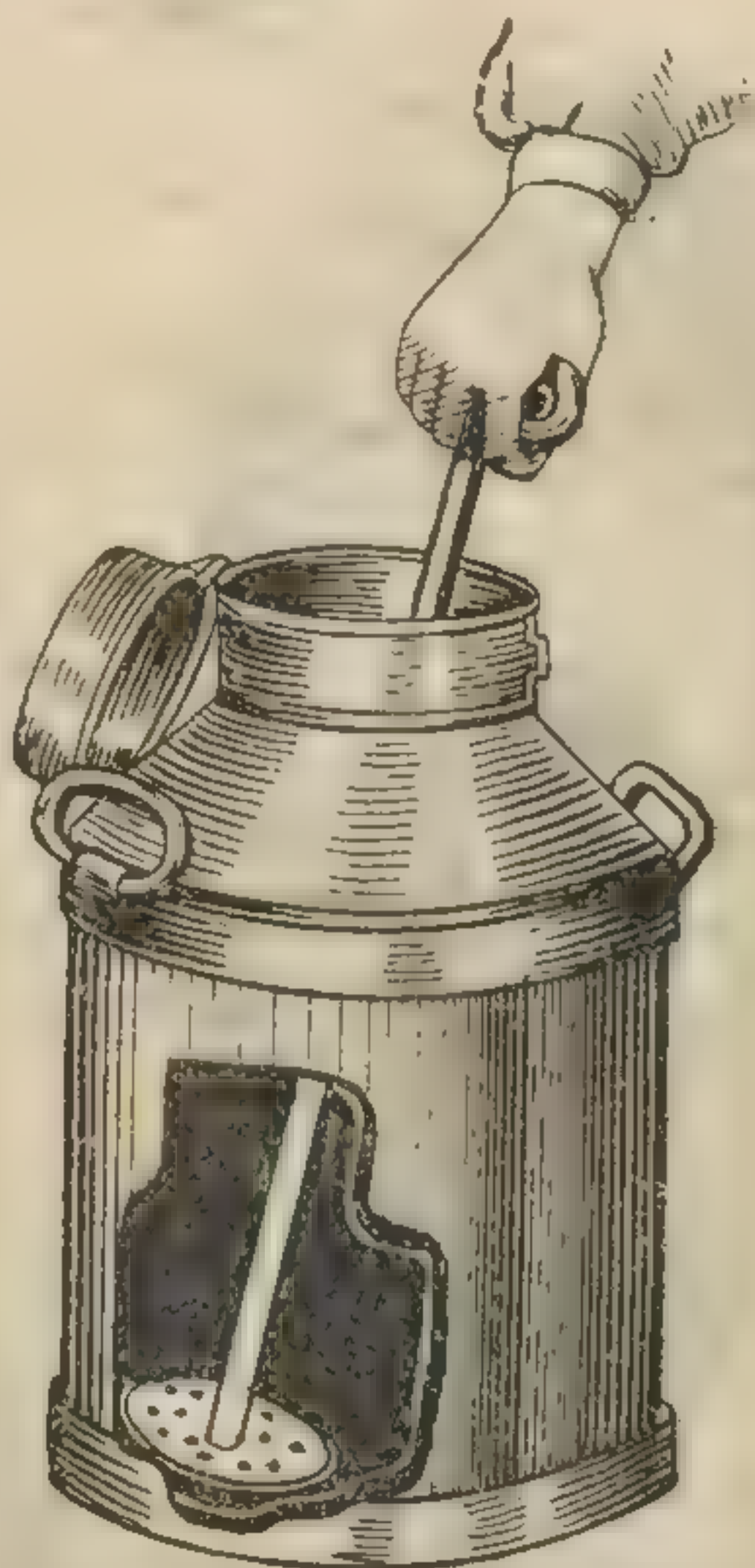


Рис. 2. Размешивание:
молока мутовкой.

Для получения средней однородной пробы необходимо тщательное перемешивание всего молока.

Молоко во флягах, ушатах перемешивают металлической луженой мутовкой (рис. 1), погружая ее в молоко 8—10 раз (рис. 2), так, чтобы вся масса молока пришла в движение.

Длина мутовки должна быть несколько больше тары, чтобы можно было производить перемешивание до дна. При образовании плотного слоя сливок на стенках горла фляги или на крышке сливки предварительно счищают в молоко деревянной лопаткой, после чего тщательно перемешивают.

Перемешивание молока в больших резервуарах производят или механическими мешалками или вручную деревянными веслами, позволяющими перемешать всю массу молока.

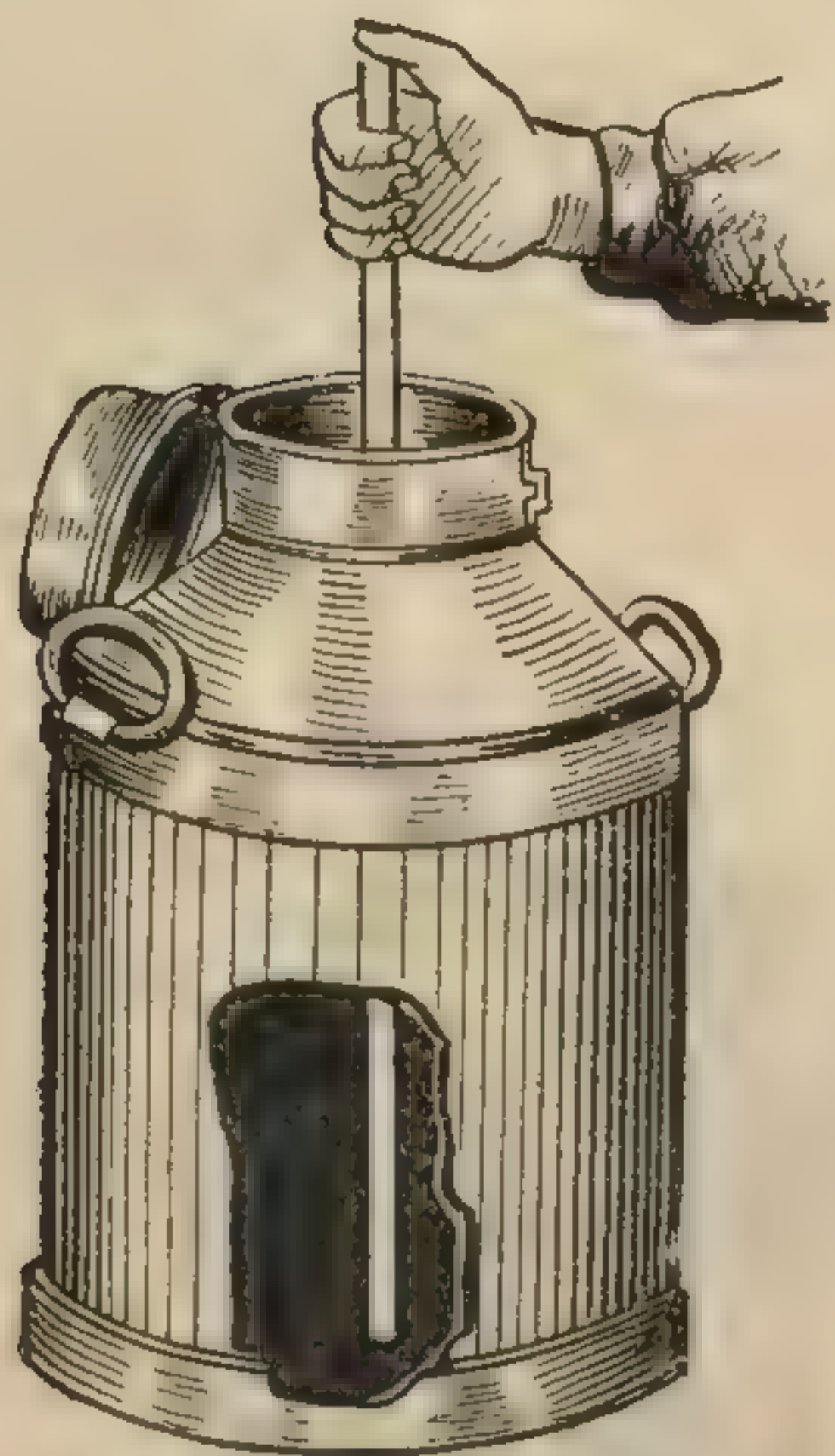


Рис. 3. Взятие пробы молока трубкой

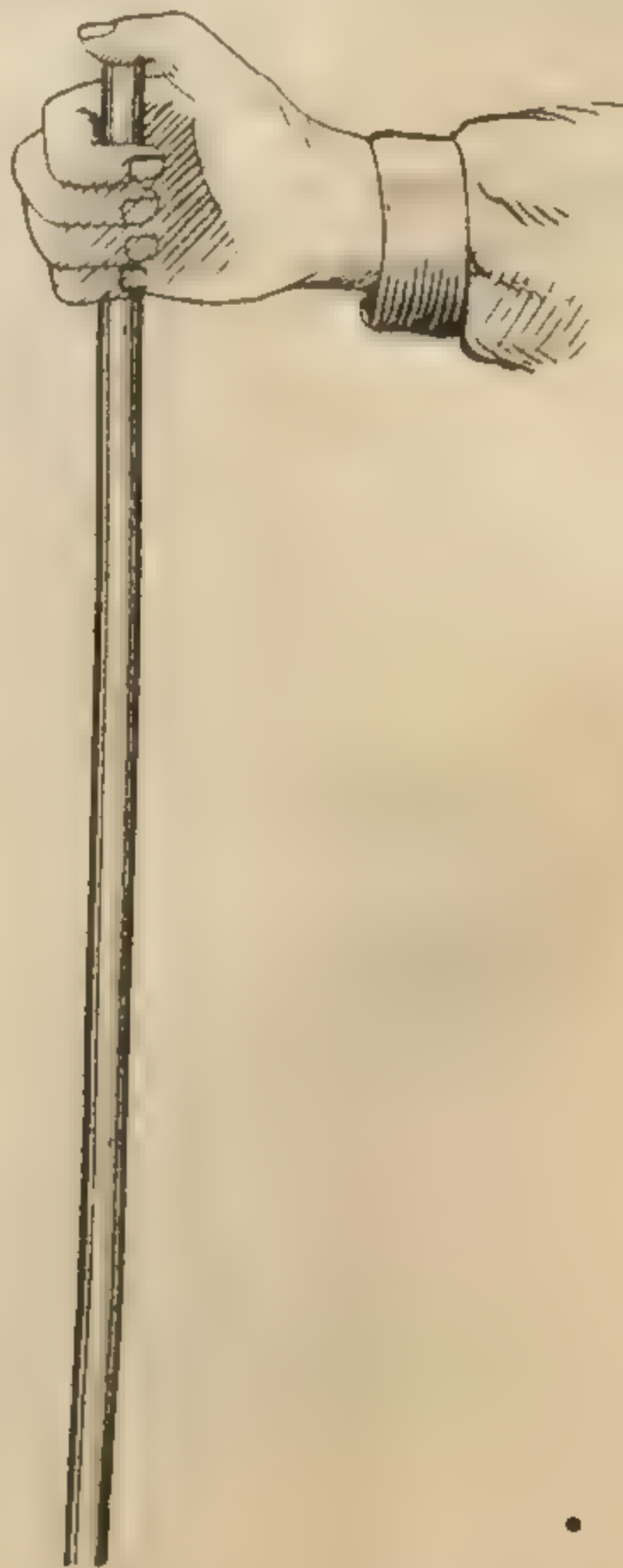


Рис. 4. Перенос пробы молока трубкой из тары в бутылочку

Если молоко частично или полностью заморожено, то перемешивание его производят только после полного оттаивания, так как замерзшие части молока имеют иной состав, чем все молоко (в первую очередь замерзает водная часть молока, а в оставшейся жидкой части концентрируются белки, сахар, отчасти жир).

После перемешивания всего молока из него отбирают пробы. Пробы берут металлической луженой трубкой — пробником, диаметром 8—10 мм и длиной несколько больше высоты фляги или иного резервуара, в котором находится молоко. При взятии пробы трубку медленно погружают до дна фляги, ушата, цистерны (рис. 3), так,

чтобы молоко поступало в трубку одновременно с ее погружением. Доведя трубку до дна, верхнее отверстие ее зажимают пальцем и трубку с пробой молока (рис. 4) вынимают из сосуда, после чего взятое молоко выливают в чистую сухую бутылку, снабженную корковой или резиновой пробкой.

Перед взятием следующей пробы трубку промывают тем молоком, которое будут отбирать; для этого, наполнив трубку молоком, как указано выше, спускают молоко обратно, откуда оно было взято и только после этого отбирают пробу для исследования.

Пользоваться стеклянными трубками для отбора проб ни в каком случае не допускается во избежание попадания в молоко осколков стекла.

Можно брать пробу кружкой с длинной ручкой или ложечкой (рис. 5), сразу после тщательного размешивания, пока молоко не отстоялось.

Если пробы молока не исследуют тотчас на месте, а перевозят или хранят некоторое время, бутылки надо помещать в специальные ящики с гнездами для бутылок (рис. 6).

При перевозке проб молока на далекое расстояние в летнее время во избежание сбивания жира бутылки наполняют молоком доверху; в зимнее же время, чтобы при замерзании молока бутылки не лопнули, их наполняют только на $\frac{3}{4}$ объема.

Сохранение проб молока для анализа. Пробы молока, поступающие на анализ не позже 1—2 суток после их отбора, хранят до исследования при температуре 0—6°. При более длительном хранении пробы молока необходимо консервировать.

Лучшими консервирующими веществами для проб молока являются двухромовокислый калий, двухромовокислый натрий и формалин.

Для консервирования приготавливают насыщенный (10%-ный) раствор $K_2Cr_2O_7$ или 15%-ный раствор $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ (реактив 1). Консервант прибавляют в количестве 1 мл на каждые



Рис. 5. Мерка для взятия молока



Рис. 6. Ящик с бутылочками для проб молока

100 мл молока в зимнее время и 1,5 мл в летнее время. Пробы молока, консервированные двуххромовокислыми солями, непригодны для определения кислотности, так как при их добавлении повышается кислотность молока. Если в пробе молока предполагается определение плотности и сухого вещества, то консервировать молоко следует раствором двуххромовокислых солей, имеющих плотность, близкую к плотности молока (в среднем 1,03). Такими растворами будут 4,3%-ный раствор $K_2Cr_2O_7$ и 6,4%-ный раствор $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$.

Формалин обычно применяют в виде водного 40%-ного раствора. На 100 мл молока берут 2—3 капли такого раствора. Добавлять формалин в большем количестве не следует, так как он вступает в реакцию с белками молока и дает соединения, трудно растворимые в серной кислоте.

1. ОТБОР ПРОБ МОЛОКА В МЕСТАХ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ, ПЕРЕРАБОТКИ И ОТПУСКА ПОТРЕБИТЕЛЯМ

а) В местах получения — на животноводческих фермах

Для установления средней жирности молока отдельных коров за удойный период производят определение процента жира 5 раз в течение всего удойного периода в нечетные удойные месяцы, т. е. в первый, третий, пятый, седьмой и девятый. Если корова доится одиннадцать месяцев, то пробу отбирают также и в этот одиннадцатый месяц, — тогда молоко будет взято не 5, а 6 раз.

В первый месяц отбор пробы производят не ранее как через 15—20 дней после отела, а в последний месяц — не позже чем за 15 дней до запуска коровы.

Пробы молока берут от каждой коровы в отдельную склянку от полного 2-суточного удоя.

Молоко для пробы отбирают трубкой (см. рис. 3) или мензуркой, пропорционально количеству его и обязательно от всех удоев коровы за 2 суток — утреннего, дневного и вечернего. Взятие пробы молока только от одного утреннего или вечернего удоя дает совершенно неправильные результаты. Принесенное дояркой в подойнике молоко одной коровы переливают в ведро с отвесными стенками (можно в молоковес), куда опускают трубку для взятия пробы, соблюдая правила, описанные выше. Взятую пробу молока выливают в бутылку емкостью приблизительно 100 мл. Нельзя брать пробы трубкой из конического ведра, так как в этом случае количество отобранного молока будет непропорционально удою.

В соответствии с количеством молока от каждого удоя берут по 1—3 трубки с таким расчетом, чтобы общее количество молока за 2 суток составляло 60—80 мл.

Пробу молока берут только после полного выдаивания коровы (с додоем).

Во избежание скисания молока, особенно в летнее, теплое время года, в каждую бутылку перед первым взятием пробы наливают консервирующее вещество.

Пропорциональные удою части молока можно брать вместо трубки мензуркой, для чего после взвешивания молока от каждого удою берется определенная часть его, например 1/100 часть литра. Все отобранные пробы молока сливают затем в приготовленные бутылки для проб.

После того как все порции удоев молока за 2 суток собраны, содержимое бутылок тщательно перемешивают и в молоке производят все требуемые определения.

б) На сливных пунктах и низовых заводах

На сливных пунктах и низовых заводах пробы молока берут из молока, доставляемого отдельными колхозниками и фермами, глазным образом с целью установления процента жира (в соответствии с законом о молокопоставках). Молоко колхозных и совхозных ферм исследуют ежедневно непосредственно при доставке его на завод, молоко колхозников и единоличников анализируют раз в 10 дней. В течение этого времени его накапливают путем ежедневного отбора проб и консервирования их.

В зависимости от количества доставляемого молока изменяется способ взятия проб: от мелких партий пробу отбирают трубкой или маленьким ковшом (см. рис. 5) непосредственно из молоковеса после учета количества молока; от более крупных партий, доставленных во флягах, среднюю пробу берут из всех фляг каждого поставщика, пользуясь для взятия пробы трубкой.

Пробы из фляг каждого поставщика сливают в одну кружку, перемешивают и отбирают часть для определения жира.

При консервировании проб молока, доставленного колхозниками и единоличниками, поступают следующим образом. Заготавливают чистые сухие бутылки с пробками и ящик для них. На бутылках наклеивают этикетки с номером поставщика. Перед взятием проб во все бутылки в зимнее время наливают по 0,5 мл (7—8 капель) 10%-ного раствора двуххромовокислого калия или 15%-ного двуххромовокислого натрия, в летнее время — по 0,8 мл (11—12 капель).

При пользовании формалином вносят в бутылки 2 капли его. В подготовленные таким образом бутылки в течение 5—7 дней наливают отбираемые пробы молока. По прошествии этого времени в бутылки еще раз приливают указанное количество консервирующих веществ и продолжают дальнейшее накопление проб молока.

Взятую пробу выливают в бутылку под номером данного поставщика, делая это каждый раз, когда молоко доставлено, и таким образом накапливают пробы за 10—15 дней. Бутылки с пробами закрывают пробками, ставят в ящик и ежедневно после взятия проб выносят в холодное помещение.

В тех местах, где еще сохранилась доставка на завод сборного молока из отдельных поселков, взятие проб ведется следующим образом: возчик получает ящик с бутылками и при приемке молока в поселках ежедневно наполняют их пробами, не путая номеров поставщиков. На заводе лаборант из доставленных проб отмеривает меркой определенное количество молока (5 мл) и выливает его в бутылку с консервирующим веществом под номером данного поставщика. Бутылки сохраняют на заводе и в них накапливают молоко за известный период. Излишек молока в пробах, доставленных возчиками, выливают в общий бак. Бутылки для проб моют и выдают обратно возчику. Такое двойное взятие проб необходимо потому, что возчикам на местах трудно отмеривать молоко; кроме того, молока в пробе настолько мало, что при перевозке возможны потери из-за прилипания жира к стенкам бутылки и к пробке.

Через 10—15 дней пробы молока каждого поставщика хорошо перемешивают и в них определяют средний процент жира.

Такой способ взятия ежедневной пробы молока одной и той же меркой при больших колебаниях количества сдаваемого молока и его жирности в отдельные дни не гарантирует того, что полученный процент жира в составленной таким образом пробе соответствует среднему проценту жира всего доставленного молока.

Устранить эту неточность можно, если каждый день брать для пробы не один и тот же объем молока, а пропорциональный количеству доставленного молока, например отбирать пробу в 0,001 от веса сдаваемого молока (5 мл от 5 кг молока).

Практически это сильно затрудняет взятие проб, так как пришлось бы пользоваться пипеткой, каждый раз высчитывая количество отмериваемого молока. Последнего можно избежать, если отбирать пробы молока металлической вылуженной трубкой (см. рис. 3), опускаемая ее в весовое цилиндрическое ведро до самого дна, когда туда вылито доставленное молоко. При таком погружении трубки в молоко в нее набирается количество молока в соответствии с высотой его уровня в сосуде. Если доставляемое на завод молоко взвешивается в бидонах и оттуда выливается в приемные баки, то взятие пробы производят, опуская трубку в бидон с молоком, предварительно хорошо перемешав его. Из трубки молоко выливают в бутылку с номером того поставщика, от которого принято молоко. Выливать молоко из трубки в бутылку лучше через небольшую воронку, чтобы не пролить молоко и не вызвать этим ошибку в выводе средней жирности. При отборе проб молока трубкой от нескольких поставщиков надо трубку каждый раз промывать тем молоком, от которого берут пробу.

Такой способ определения средней жирности молока за известный промежуток времени является наиболее точным. Удобство его (помимо того, что определение жира для каждого поставщика делается раз в 10 дней) состоит еще и в том, что не приходится делать никаких расчетов, а полученная цифра жирности и будет средним про-

центом жира в доставленном молоке за данный период времени. На правильность средней величины жирности не будут влиять возможные колебания содержания жира в молоке по отдельным дням.

в) На сепараторных пунктах, маслодельных заводах

На сепараторных пунктах, маслодельных заводах и других молочных предприятиях, где производится сепарирование молока, среднюю пробу его можно получить следующим образом: узкий сифон опускают одним концом в приемную чашку сепаратора или приемный молочный бак таким образом, чтобы конец его находился на дне чашки сепаратора или бака, а вытекаемое из другого конца молоко собиралось в подставленное ведро или ушат. Сифон делают из жести, на конец его надевают резиновую трубку, снабженную зажимом. После наполнения чашек сепаратора или бака молоком зажим сифона открывают настолько, чтобы молоко очень тонкой струйкой текло в ведро. Чтобы молоко вытекало непрерывно, необходимо, чтобы чашка сепаратора или бак были постоянно наполнены молоком. Из отсифонированного молока берут пробу и определяют процент жира, который будет средним для всего просепарированного молока. Этим методом можно установить средний процент жира за каждый день, среднюю жирность молока отдельных поставщиков и тем контролировать выход масла.

г) На молочных заводах

На молочных заводах (городские молочные заводы, заводы молочных консервов и др.) молоко обычно поступает в цистернах или во флягах. В этих случаях пробы молока берут непосредственно из цистерн и фляг или из приемного бака весов. Из цистерн пробы отбирают после тщательного перемешивания молока, обязательно из каждой секции отдельно; из фляг — путем взятия средней пробы молока из всех фляг, доставленных каждым определенным хозяйством, сливным пунктом, фермой или другой хозяйственной единицей. Пробы молока данной партии смешивают вместе и из всего молока отбирают среднюю пробу для анализа.

Если молоко при доставке на завод непосредственно выливают на весы или в приемный бак, то пробы берут трубкой с каждой весов или из бака, причем, в зависимости от количества молока, отбирают одну или несколько трубок. Пробы одной партии смешивают вместе.

Когда в молоке на поверхности плавает сбившееся масло или когда молоко частично или полностью свернулось, то привести его в однородное состояние нельзя, и поэтому из такого молока пробы для анализа не берут.

В зимнее время на некоторые заводы поступает молоко в замороженном состоянии в виде брусков. Для составления средней пробы

такого молока отбирают из разных мест одной партии замороженного молока 3—5 брусков. Затем из середины каждого отобранного бруска выпиливают пласт замороженного молока размером приблизительно 50×125 мм. Распиливание бруска ведут над тазом, из которого стружки вместе с отпиленными кусками помещают в ушат, в котором и растапливают молоко при температуре $30-40^\circ$. Из растопленного молока, после тщательного перемешивания его, отбирают пробу для анализа.

При выпуске молока из молочного завода в целом виде пробы отбирают при разливе каждого бака или танка. При самом тщательном перемешивании трудно из больших резервуаров взять точно среднюю пробу молока, особенно если оно стояло продолжительное время и если не часто его перемешивают; поэтому при разливе берут 3 пробы от каждого танка или бака: в начале разлива молока, в середине разлива и в конце, примерно по одинаковому количеству. Эти пробы исследуют отдельно каждую или смешивают и получают одну общую. Если требуется проверить качество молока, уже разлитого во фляги, отбор пробы производят трубкой из каждой фляги.

При взятии проб из больших резервуаров, ванн, танков молоко берут из нескольких мест ванны или танка.

д) В местах отпуска и продажи молока

От каждой партии бутылочного молока в количестве до 1000 бутылок отбирают каждую двадцатую бутылку и из числа отобранных 1—2 бутылки молока.

Если в партии больше 1000 бутылок молока, то для его исследования отбирают каждую пятидесятую и из числа отобранных 2—3 бутылки.

От каждой партии молока во флягах отбирают каждую двадцатую флягу, а если в партии менее двадцати фляг — одну флягу.

Отобранные фляги вскрывают и из каждой фляги, соблюдая правила, указанные выше, берут пробу в количестве около 50 мл в случае неполного исследования молока и 250—500 мл для полного анализа.

В спорных случаях инспекция по качеству или представители обеих сторон опечатывают или пломбируют отобранные образцы. Взятые пробы снабжают этикеткой, на которой должно быть обозначено: наименование продукта, наименование завода и дата изготовления продукта, наименование сдающей и принимающей организации, дата и час отбора образца, температура молока и номер транспортного документа. Если образцы консервируют, то указывают консервант и добавленное количество его. После этого один образец посылают в лабораторию госинспекции или, по ее указанию, в какую-либо другую для анализа, а второй опечатанный образец хранит отпускающая организация.

е) Взятие пробы молока, подозреваемого в фальсификации

Для установления фальсификации молока отбирают две пробы — заводскую и стойловую (контрольную). Заводскую пробу берут согласно вышесказанному, стойловую же отбирают с соблюдением следующих правил:

- а) стойловую пробу берут не позже чем через 2 суток после взятия заводской пробы;
- б) стойловая проба молока должна строго соответствовать заводской пробе в отношении условий дойки, количества удоев и др.; на пример, если заводская проба взята от суточного удоя (утро и вечер), то и стойловая проба составляется из суточного удоя;
- в) время дойки должно быть обычным и доильщицы те же;
- г) подоильник должен быть совершенно сухим и чистым;
- д) выдаивание молока должно быть полное до последних капель; производится контрольная проверка на полноту выдаивания;
- е) пробу берут, после тщательного перемешивания в подоильнике, в чистую и сухую бутылку, последнюю закрывают пробкой, запечатывают и охлаждают;
- ж) кормление и уход за животными должны быть те же, что и раньше;
- з) количество молока в пробе должно быть не менее 250 мл;
- и) отбор стойловой пробы и анализ ее производят в присутствии представителя общественной организации (сельсовета, колхоза, завода).

2. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВКА ПРОБ МОЛОКА

Консервированные пробы молока сохраняют на приемном пункте до 10—15 дней. Пробы надо хранить в следующих условиях: температура в помещении — не выше 8°, в зимнее время пробы молока не должны замерзать; бутылки закрывают пробками, — допускается применение деревянных пробок, имеющих форму гриба; использование бумажных пробок недопустимо; хранение бутылок с пробами молока в течение 10 дней без пробок ведет к повышению процента жира на 0,1—0,15% за счет испарения влаги; чем выше температура хранения, тем эта разница больше; бутылки с пробами молока лучше держать в специальном ящике.

При транспортировке ящик с пробами молока должен быть обязательно закрыт на замок. При перевозке ящик не должен подвергаться сотрясениям.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБ МОЛОКА К АНАЛИЗУ

Пробы молока перед анализом тщательно перемешивают многократным перевертыванием закупоренной бутылки или переливанием несколько раз из одной бутылки в другую, чистую и сухую. Бутылки с пробами консервированного молока нагревают в воде до 35—40° (до расплавления уплотнившегося верхнего слоя). После этого мо-

локо тщательно перемешивают многократным перевертыванием закупоренной склянки, обращая внимание на то, чтобы на стенках склянки и горлышке не оставалось приставших частиц жира. Перемешивание молока вдуванием воздуха из пипетки практиковать нельзя.

Из подготовленного таким образом молока (с температурой около 20°) берут пробы для всех определений.

II. ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ МОЛОКА

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА

а) Кислотный метод

Для определения жира в молоке по кислотному методу необходимы бутирометры и центрифуга; кроме того, нужны пипетки для отмеривания жидкостей, штативы для бутирометров (рис. 7), водяная баня, термометр. Кислоту в бутирометры отмеривают

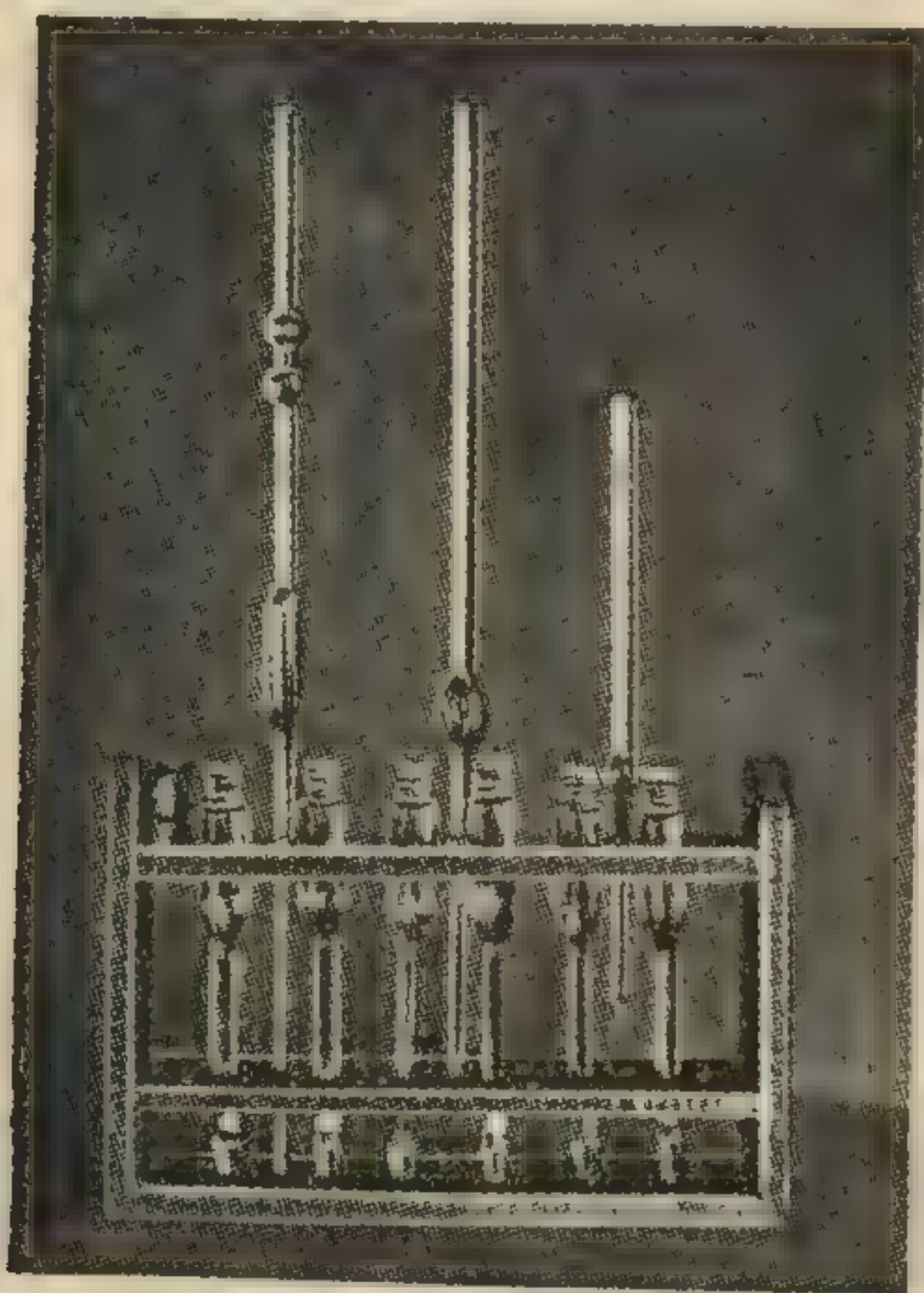


Рис. 7. Штатив с бутирометрами и пипетками

и отмеривают в него пипеткой или автоматом (рис. 9) 10 мл серной кислоты плотностью 1,820—1,825 (реактив 2), стараясь не замочить горлышка бутирометра. Затем осторожно по стенке бутирометра вливают на серную кислоту пипеткой 11 мл исследуемого молока (при

пипеткой с двумя шариками в верхней части, предохраняющими от попадания кислоты в рот при натягивании кислоты. Кончик пипетки должен быть погружен до дна в жидкость.

Для быстрого и безопасного отмеривания серной кислоты и изоамилового спирта применяют специальные пипетки-автоматы, одна из которых изображена на рис. 8. Подобного рода автоматы обычно изготовляют двух размеров: на 10 и 1 мл. Первый размер предназначается для серной кислоты, второй — для изоамилового спирта. Жидкость наливают в грушевидную часть автомата и выпускают стеклянным сквозным краном в нижнюю узкую часть.

Определение жира по этому методу ведется следующим образом. Ставят бутирометр в штатив



Рис. 8. Автомат-пипетка для отмеривания серной кислоты

температуре около 20°), избегая смешения молока с кислотой. Нельзя в кислоту опускать кончик пипетки, так как молоко на кончике пипетки может свернуться и помешать полному выливанию молока в бутирометр. Оставшиеся капли молока в пипетке не выдувать, а после вытекания молока сделать небольшую выдержку, чтобы из пипетки стекли 3 капли.

После молока в бутирометр прибавляют пипеткой или автоматом 1 мл изоамилового спирта (реактив 3), не касаясь концом пипетки молока и не смачивая горлышка бутирометра. При наполнении бутирометров следует строго держаться указанного порядка: сначала вливать серную кислоту, а затем молоко и, наконец, изоамиловый спирт.

После прибавления изоамилового спирта бутирометры закрывают специальной длинной двухконической или простой резиновой пробкой, закручивая ее по нарезкам

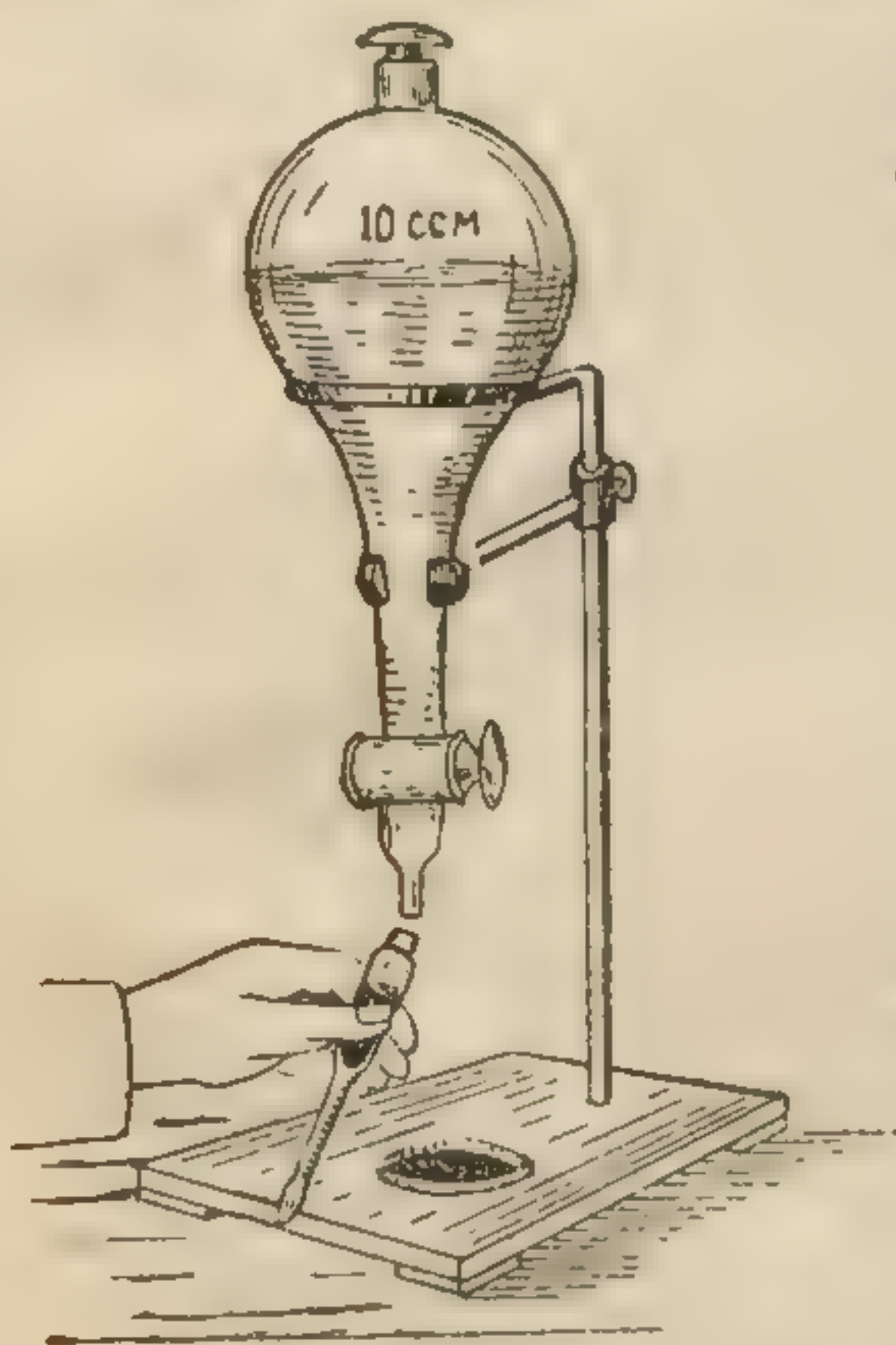


Рис. 8. Автомат-пипетка для серной кислоты

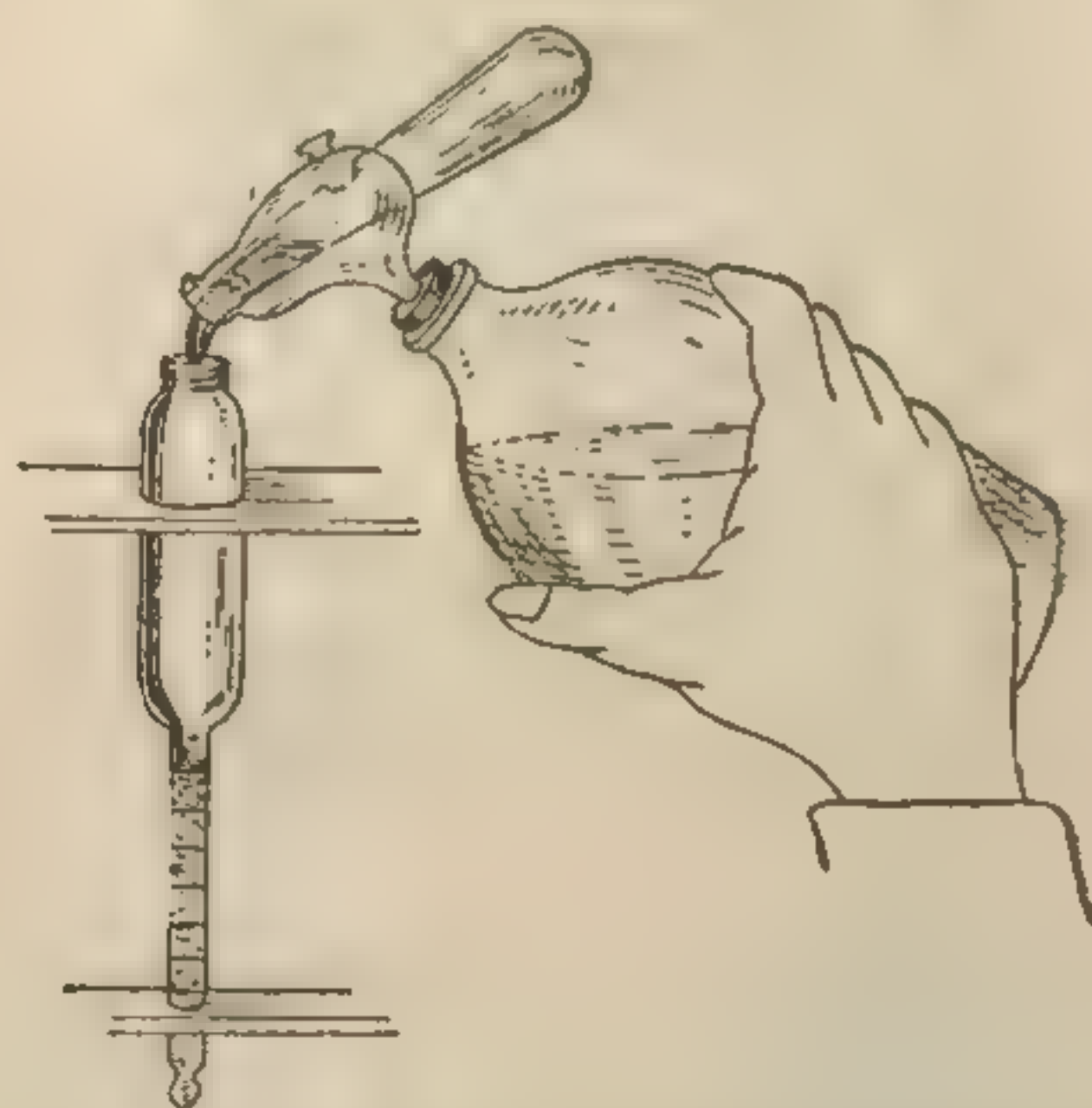


Рис. 9. Вливание серной кислоты в бутирометр при помощи пипетки-автомата

горлышка бутирометра примерно до половины длины пробки. Пробки должны быть доброкачественными, мягкими, без трещин и сухие.

Завинтив пробку, бутирометр берут за горлышко и, придерживая пробку пальцем, встряхивают до полного растворения белков молока в кислоте.

При смешивании молока с кислотой происходит сильное нагревание жидкости, и поэтому рекомендуется во избежание ожога завертывать бутирометры полотенцем.

При массовых исследованиях и для безопасности аналитика применяют для встряхивания особые металлические закрытые футляры, в которые помещают штативы с бутирометрами; более простое приспособление для ускорения работы — навинчивание на штатив с бутирометрами специального кружка, удерживающего бутирометры неподвижно в штативе и дающего возможность переворачивать весь штатив.

После встряхивания бутирометры ставят пробками вниз в специальный штатив (рис. 10), помещенный в нагретой до температуры $65-70^{\circ}$ водяной бане, где они остаются 4—5 мин. Вынув бутирометры из бани, устанавливают подвинчиванием или вывинчиванием пробки столбик жира так, чтоб он пришелся в градуированной части бутирометра; затем обтертые досуха бутирометры помещают в патроны центрифуги (рис. 11), узкой вытянутой частью бутирометра —

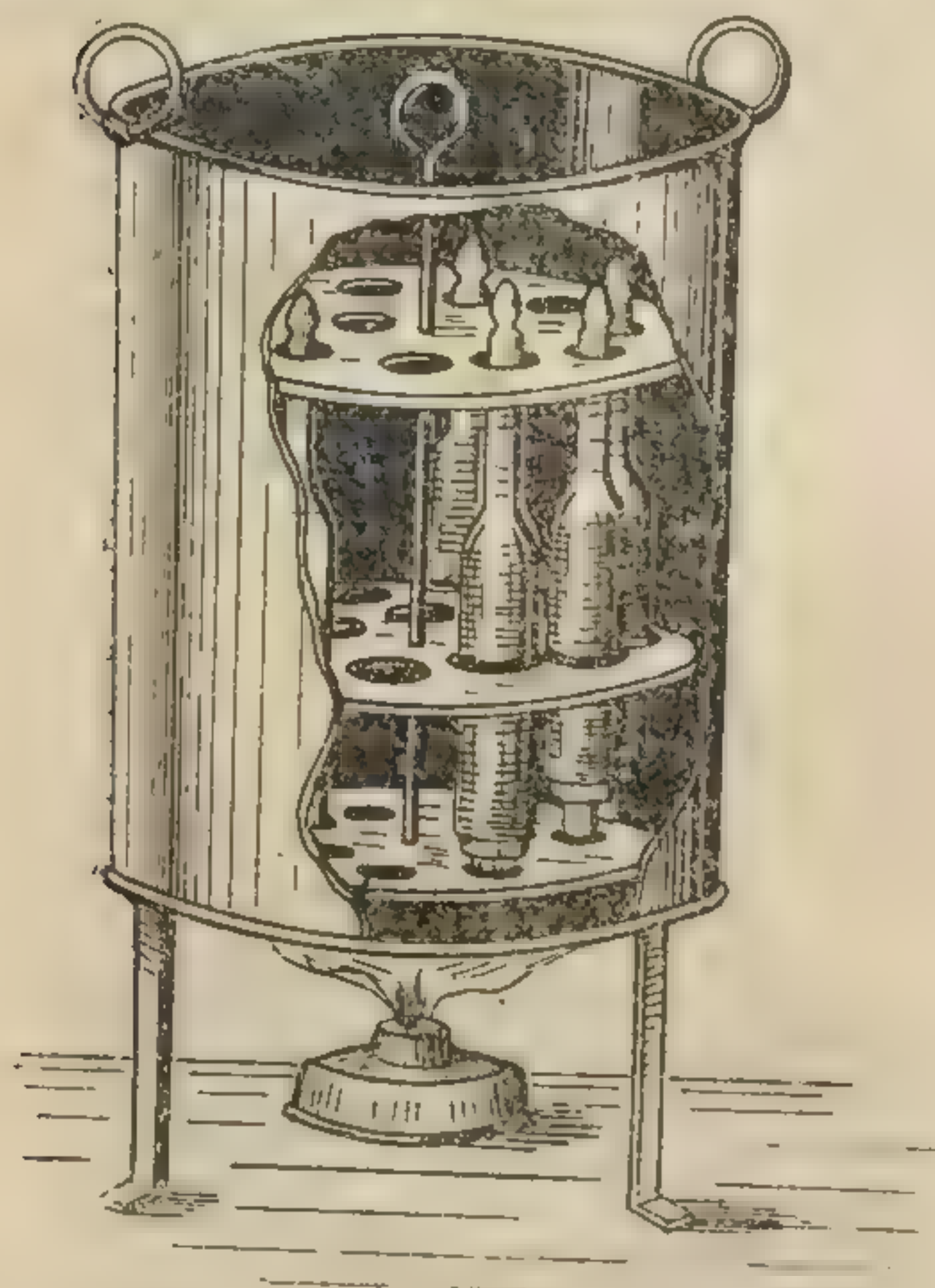
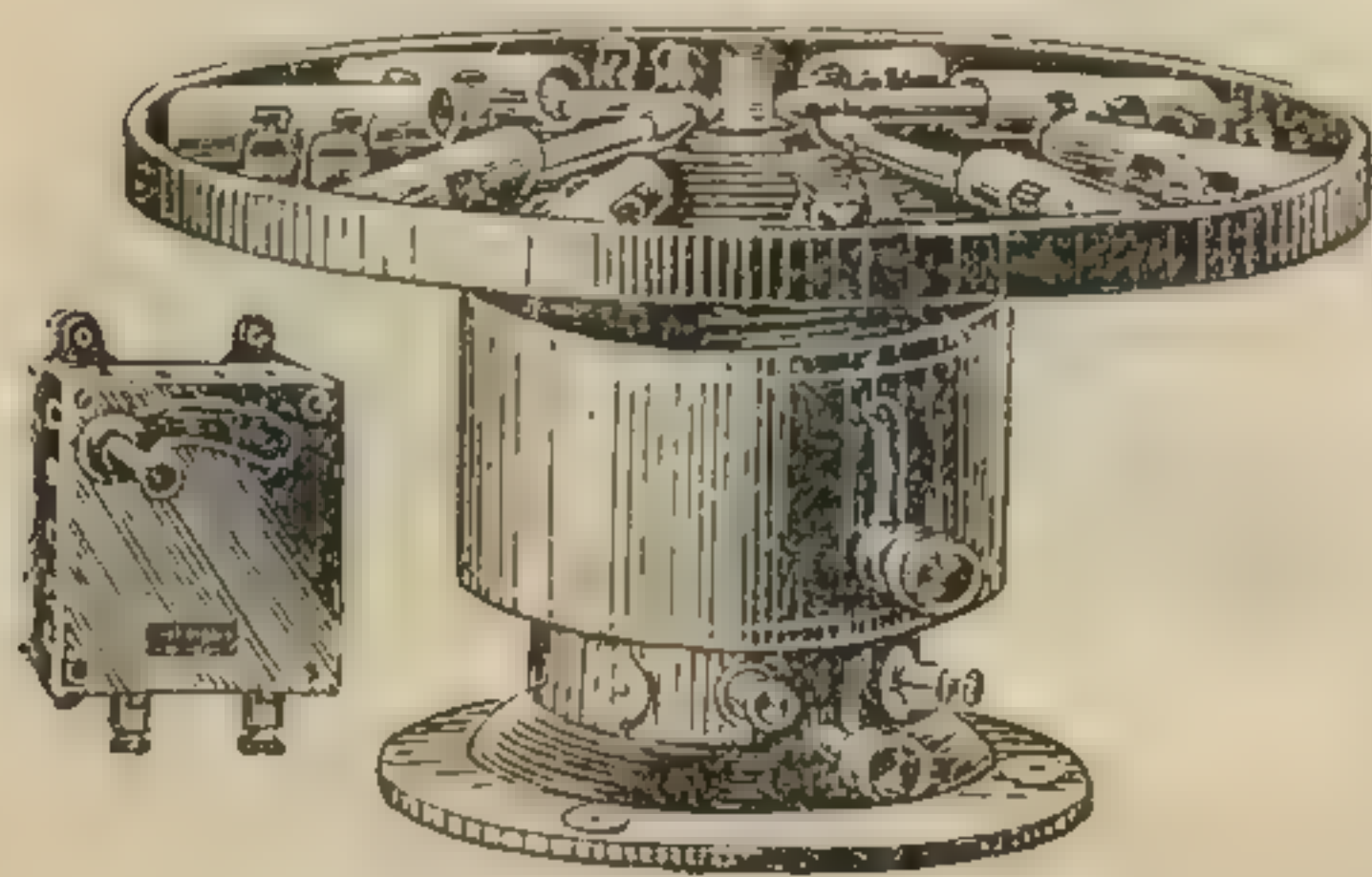


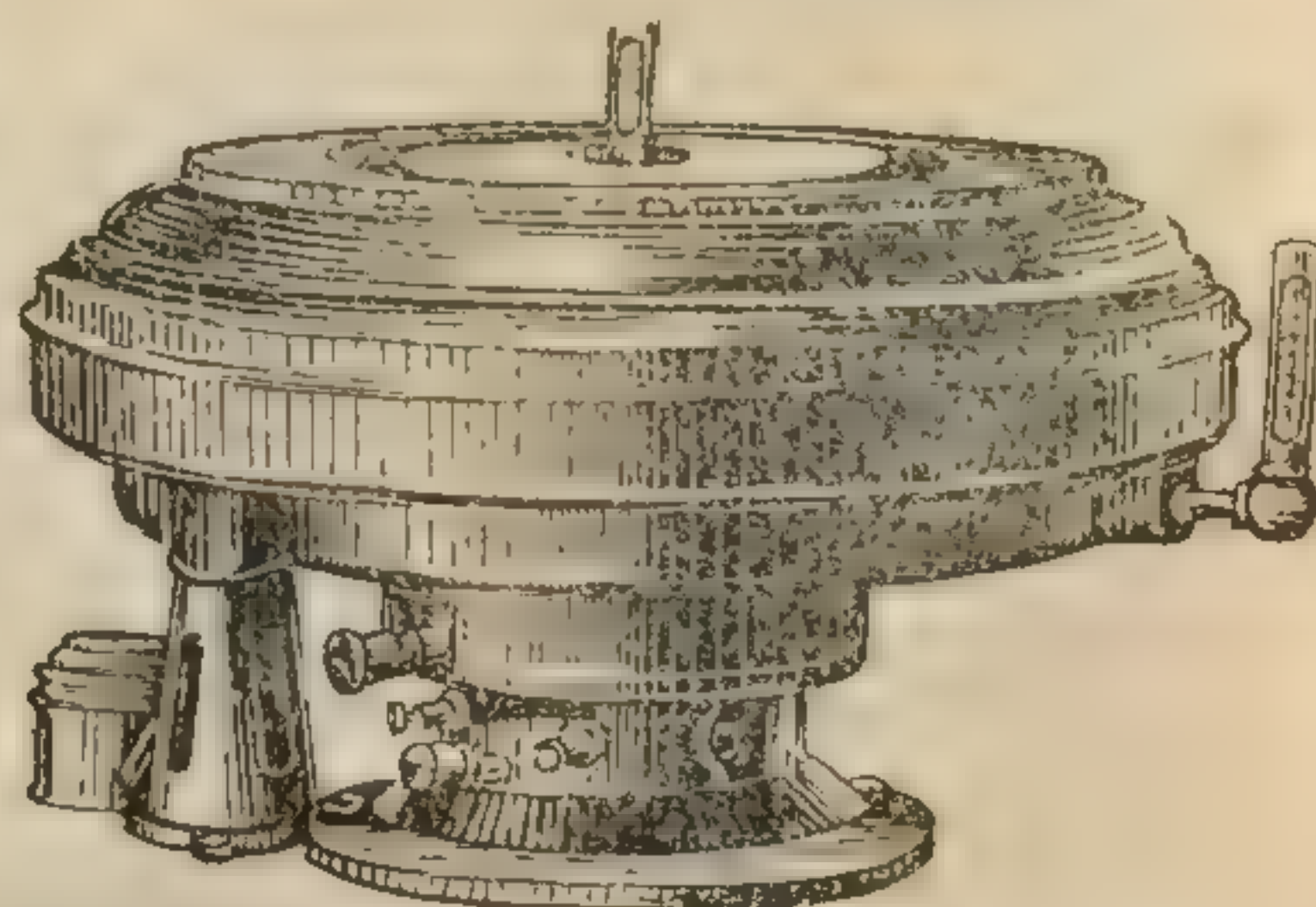
Рис. 10. Баня с бутирометрами

к центру, наблюдая при этом, чтобы бутирометры располагались в патронах симметрично, т. е. один против другого. Если число исследуемых проб молока нечетное, то берут один лишний бутирометр, наполняют его водой и вставляют в патрон для уравнивания центрифуги.

Вставив бутирометры, закрывают центрифугу крышкой, завинчивают гайку и вращают 5 мин. со скоростью 800—1000 об/мин, что можно определить осью счетчиками оборотов (тахометрами), навинчиваемыми на ось центрифуги. Для предохранения работающего от попадания брызг серной кислоты, если почему-либо бутирометр лопнет в центрифуге, рекомендуется над центрифугой сде-



а



б

Рис. 11. Центрифуга для бутирометров электрическая (а — открытая, б — закрытая)

сами со звонком. После центрифугирования бутирометры вынимают из патронов центрифуги за верхний вытянутый конец и в таком поло-

женин, пробками вниз, ставят на 4—5 мин. в водяную баню, нагретую до 65°. Вода в бане должна находиться на уровне выше слоя жира в бутирометрах. Температуру бани в 65° поддерживают в течение всего времени нахождения бутирометров в воде (шкала бутирометров, указывающая граммы жира в 100 мл молока, прокалибрована при температуре 65°).

Вынув бутирометры из водяной бани, отсчитывают объем, занимаемый выделившимся жиром в узкой части бутирометра. Для этого, держа бутирометр левой рукой вертикально против света, подкручивают правой рукой резиновую пробку до тех пор, пока нижняя граница столбика будет приходиться на какой-нибудь длинной черточке деления бутирометра (рис. 12). Если столбик жира в бутирометре, вынутом из бани, лежит выше градуированной части, то пробку осторожно вывинчивают, следя, чтобы столбик жира не вышел за пределы деления шейки. Установив нижнюю границу жира и наблюдая, чтобы она не перемещалась, для чего поддерживают пальцем пробку, отсчитывают число делений, занимаемых всем столбиком жира. Каждое малое деление шкалы соответствует 0,1% жира, а крупное — целому проценту. Таким образом, если например, столбик жира (рис. 12) занимает объем в 3,4 деления шкалы бутирометра, то это значит, что молоко имеет 3,4% жира. Нижняя граница — мениск столбика жира — имеет плоскую поверхность, а верхний мениск — вогнутую, и при отсчете за границу принимается то деление, с которым соприкасается самая нижняя вогнутая часть мениска. Если почему-либо столбик жира не совсем ясно и резко отделяется от остальной жидкости (при недостаточном нагревании бутирометров в бане или недостаточном центрифугировании), то определение повторяют с новой пробой молока.

Иногда под слоем жира оказывается плотный буро-черный слой («пробка»), мешающий отсчету, что может иметь место при пользовании слишком крепкой серной кислотой; тогда следует проверить плотность кислоты и разбавить ее до плотности 1,820—1,825. Кроме того, пробка образуется и при консервировании проб молока большим количеством формалина, который, соединяясь с белками молока, делает их трудно растворимыми в серной кислоте; в подобных случаях бутирометры приходится держать в бане, сильно встряхивая несколько раз. Образование «пробки» в молоке с излишним количеством формалина избегают прибавлением к 100 мл такого молока 2—4 мл водного раствора хлористого гидроксидламина (1 часть

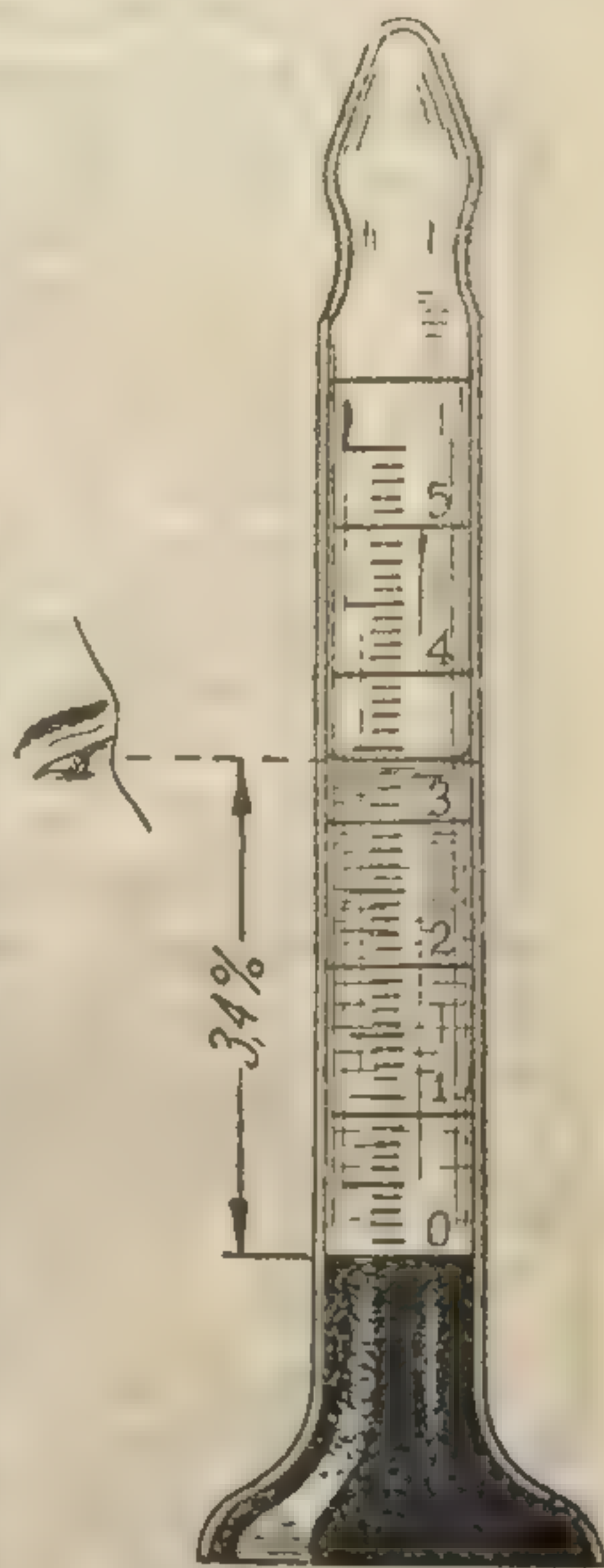


Рис. 12. Отсчет процента жира в бутирометре

на 2 части воды) с аммиаком (0,4 мл аммиака плотностью 0,912 на каждый миллилитр раствора гидроксиламина).

Бутирометры для определения жира изготовляют нескольких типов, отличающихся формой и делениями шкалы.

Самый простой бутирометр (рис. 13), «круглый», имеет в поперечном сечении круглую шейку, разделенную на 80 частей, причем каждые 10 частей обозначены цифрами и выделены более толстыми и длинными черточками. Каждая длинная черточка обозначает целый грамм, а маленькая — $\frac{1}{10}$ долю грамма жира в 100 мл молока.

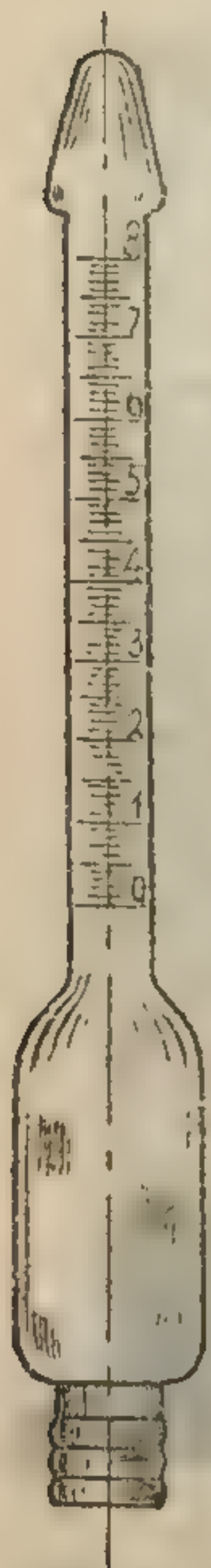


Рис. 13:
Молочный
бутирометр

Второй тип бутирометра, «плюсский», имеет в поперечном сечении шкалу не круглую, а плоскую, благодаря чему достигается большая точность при отсчитывании столбика жира. Этому же способствует и более широкое расстояние между делениями на шейке, так как вся длина ее разделена не на 80 частей, как у круглых бутирометров, а на 60 или 70.

При отсутствии серной кислоты плотностью 1,810—1,820 определение жира в молоке можно производить с серной кислотой плотностью 1,750, изменив следующим образом методику определения *.

В молочный бутирометр наливают из бюретки 15,5 мл серной кислоты плотностью 1,750 (реактив 2), 5,5 мл молока и, наконец, 1 мл изоамилового спирта (реактив 3).

Бутирометр закрывают пробкой, энергично встряхивают и ставят на 5 мин. в баню при температуре 65—70°, а затем центрифугируют в течение 10 мин. После этого вынимают из центрифуги, сильно встряхивают, ставят в баню при той же температуре на 5 мин. и вновь центрифугируют в течение 10 мин.

После второго центрифугирования бутирометры вынимают из центрифуги, не переворачивая, узким концом вверх, помещают на 5 мин. в баню при температуре 65—70° и в третий раз центрифугируют 10 мин., после чего ставят на 5 мин. в баню при температуре 65° и отсчитывают столбик жира по шкале.

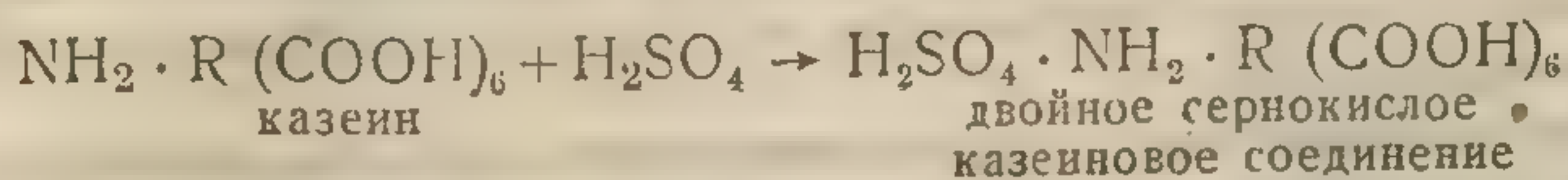
Для установления количества жира в молоке отсчет бутирометра в этом случае умножают на 2.

При определении жира по кислотному методу изоамиловый спирт может быть заменен изобутиловым. В молоке цельном и обезжиренном определение производят совершенно так же, как и с изоамиловым спиртом. Необходимо обращать особое внимание на крепость серной кислоты, которая должна иметь плотность не ниже 1,820 при 20°. С более слабой кислотой не происходит полного выделения

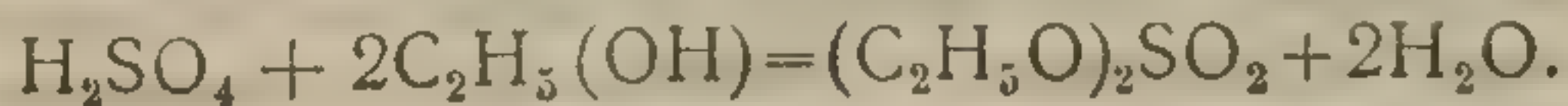
* Метод разработан молочной лабораторией Тимирязевской сельскохозяйственной Академии в 1946 г.

Кислота более крепкая отнимает от белковых веществ воду и обугливает их, отчего жидкость чернеет, и это мешает отсчету.

Сличию жировых шариков в молоке препятствует адсорбция жировых шариков. Величину адсорбции уменьшают прибавлением в молоко серной кислоты плотностью 1,820—1,825. Серная кислота этой концентрации переводит казеино-кальциевые соли молока, в виде которых находится казеин в молоке, в двойное растворимое сернокислород казеиновое соединение с образованием нерастворимого сернокислорода кальция:



Образующиеся при реакции растворимые соединения изменяют величину адсорбции и тем самым способствуют соединению жировых шариков, которое ускоряется подогреванием раствора и центрифугированием его. Гербер для облегчения соединения шариков ввел еще изоамиловый спирт, который, как и всякий спирт, сильно уменьшает величину поверхностного натяжения жировых шариков, что способствует их соединению. Можно думать также, что амиловый спирт облегчает процесс удаления адсорбционной зоны белка вокруг жирового шарика, замещая самый белок, так как амиловый спирт является более капиллярноактивным. Если жир по методу Гербера определять без амилового спирта, то это всегда ведет к образованию «пробки», состоящей из жировых шариков, покрытых нерастворившимся белком. Разрушение этой пробки и выполняется амиловым спиртом. Применять в большем количестве изоамиловый спирт не следует, так как растворимость его невелика (1 : 35), и он может перейти в жир, увеличив его объем. В растворе серной кислоты амиловый спирт частично переходит в серно-амиловый эфир, также растворимый в кислотной жидкости:



Введение двух реагентов (серной кислоты и амилового спирта) и нагревание создают условия быстрого и полного выделения жира.

б) Щелочные методы («сальные»)

1. Метод Дьякова [1]

11 мл реактива Дьякова (реактив 4) отмеривают пипеткой в бутирометр, приливают 0,6 мл изобутилового спирта и 10 мл исследуемого молока, не смачивая горлышка бутирометра. В бутирометры-

ввинчивают резиновую пробку до половины длины ее и энергично встряхивают до растворения белков молока.

Бутирометры ставят в водяную баню, нагретую до 45—50°, на 5—10 мин., затем вынимают, вытирают, несколько раз встряхивают (не сильно), помещают в патроны центрифуги и центрифугируют 5 мин. со скоростью 800—1000 об./мин. Из патронов центрифуги бутирометры вынимают за узкую часть пробками вниз и, не встряхивая, ставят на 4—5 мин. в водяную баню, нагретую до 50°. Затем их вынимают из бани, держа на высоте глаз, отмечают деления между которыми заключается столбик жира, при соблюдении обычных условий, т. е. подводят нижний уровень столбика жира до совпадения с каким-либо целым делением бутирометра.

При определении жира этим способом держать бутирометры в бане, нагретой выше 50°, нельзя, так как сильно щелочный реактив может омылить часть жира, что ведет к неправильным результатам определения.

Изобутиловый спирт нужно отмеривать как можно точнее: избыток его против 0,6 мл не растворяется в щелочной жидкости и может перейти в столбик жира, увеличивая его объем. Резиновые пробки необходимо хорошенько промывать горячей водой, высушивать и лишь чистыми и сухими вставлять в бутирометры, — иначе от щелочи они делаются скользкими и плохо держатся в горлышке бутирометра, благодаря чему жидкость выливается.

Точность способа Дьякова одинакова с кислотным способом; консервирование молока формалином не затрудняет определения.

2. Содовый метод «Волмин» акад. Перова [2, 3]

В молочные бутирометры отмеривают пипеткой 11 мл раствора «Волмин» (реактив 5) и затем 11 мл молока.

Раствор «Волмин» вливают, не смачивая горлышка бутирометра, во избежание выскакивания пробок.

Наполненные бутирометры закрывают резиновыми пробками, встряхивают в продольном направлении 30 раз (или 1/2 мин. по времени). При этом следует, чтобы жидкость переливалась из шейки бутирометра в широкую часть его и обратно. Встряхивание производят тщательно; оно, гарантируя полное смешивание жидкостей, обеспечивает нормальное протекание физико-химических процессов. Уменьшение числа встряхиваний приводит к пониженным показателям процента жира.

После встряхивания бутирометры в течение 5 мин. нагревают в водяной бане при 65° и вновь встряхивают так же, как и в первый раз (30 раз или 1/2 мин.). Нагревание продолжается еще 5 мин. при 65°, и затем бутирометры центрифугируют 5—7 мин. при 1000 об./мин. По окончании центрифугирования бутирометры помещают на 5 мин. в водяную баню при 65° и быстро производят отсчет, не давая остыть столбику жира.

В бутирометре жидкость прозрачна, на дне — большой хлопьевидный осадок углекислого и фосфорнокислого кальция.

3. Буратный метод Садовой

В молочные бутирометры отмеривают пипеткой 10 мл реактива «Бурат» (реактив 6) и 11 мл молока. Бутирометры закрывают пробками, ставят в водяную баню при температуре 60° и содержимое их несколько раз осторожно встряхивают до полного растворения белков молока. После этого бутирометры центрифугируют 5 мин. в обычных условиях определения жира в молоке. Вынув бутирометры из центрифуги, помещают их опять в баню на 5 мин. при 60° и производят отсчет столбика выделившегося жира.

Метод «Бурат» пригоден только для свежего молока с кислотностью не выше 25° и не консервированного формалином или хром пиком.

в) Бесцентрифужный метод Инихова [4]

В молочные бутирометры наливают по 10 мл приготовленного щелочного реактива (реактив 7), затем по 11 мл молока и по 1 мл смеси спиртов (реактив 8). Бутирометры закрывают резиновыми пробками, тщательно перемешивают содержимое, встряхивая до образования пены. Потом бутирометры ставят в водяную баню (пробками вверх), нагретую до 70—73° (при стоянии бутирометров в бане температура не должна падать ниже 70°). В бане бутирометры держат 10 мин. и в течение этого времени два раза тщательно взбалтывают их — первый раз через 5 мин. и второй раз еще через 5 мин. По прошествии 10 мин. бутирометры переворачивают в той же бане пробками вниз и оставляют в таком положении 10—15 мин. (в зависимости от быстроты исчезновения пены) при температуре воды в бане 70°. После 10—15 мин. выдержки бутирометры вынимают из бани и отсчитывают столбик жира. Если столбик жира содержит пену, то бутирометры слегка встряхивают и вновь ставят пробкой вниз в водяную баню на 10 мин., после чего отсчитывают количество жира в молоке.

Сущность щелочных („сальных“) методов. Опасность работы с концентрированной серной кислотой, вызывающей ожоги на теле и образование дырок на тканях, вызвала желание замены серной кислоты более безопасным веществом. Через несколько лет после опубликования кислотного метода был предложен метод «Саль», в котором вместо серной кислоты дается щелочная смесь едкого натрия и сегнетовой соли. Вслед за этим целый ряд авторов предложил различные смеси, состоящие главным образом из щелочных растворов.

Таких щелочных («сальных») растворов известно очень большое число как заграничных, так и наших русских авторов.

Сущность всех этих методов сводится к переводу казеино-кальциевых солей в более растворимые натриевые или калиевые. Реакция протекает по следующему уравнению:



Для лучшего выделения жира применять изоамиловый спирт при щелочных способах в том количестве, в каком его брали при кислотном, нельзя, так как он не растворяется в щелочном растворе; поэтому приходится брать вместо изоамилового другой спирт, более растворимый.

Обычно при щелочных методах применяют изобутиловый спирт или смесь спиртов (метилового, винного и амилового), более растворимую в щелочной жидкости, чем изоамиловый спирт.

г) Весовой метод

Отвешивают 10 мл хорошо перемешанного молока с точностью до 0,001 г в цилиндр с краном (рис. 14), прибавляют в него 1—2 мл 10%-ного раствора аммиака и, закрыв цилиндр пробкой, хорошо взбалтывают в течение 0,5 мин. для растворения белков.

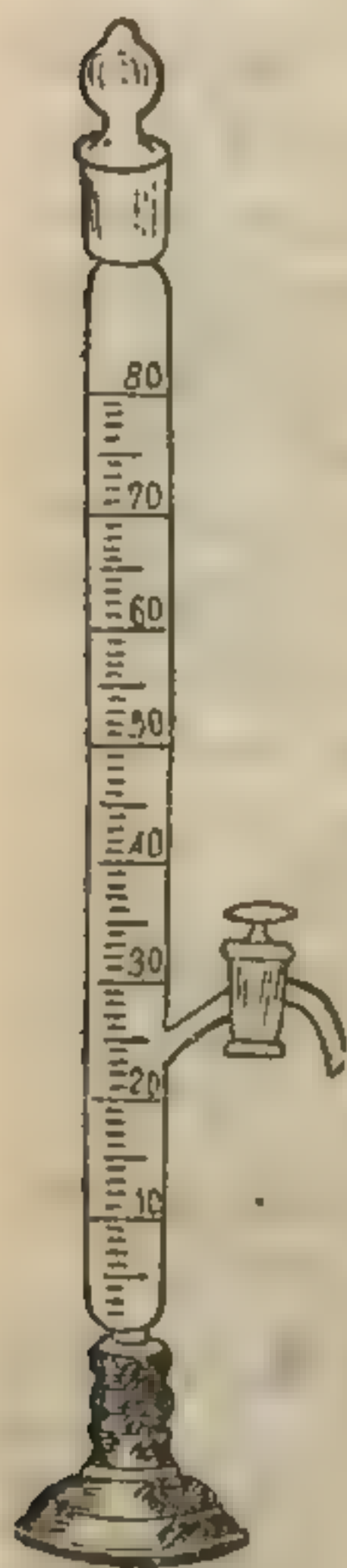


Рис. 14.
Градированный цилиндр с краном

Затем приливают 10 мл 96%-ного этилового спирта и снова взбалтывают 0,5 мин. Потом в цилиндр отмеривают 25 мл серного эфира и, придерживая пробку цилиндра, встряхивают раствор 0,5 мин. После того как жидкость отстоится 2 мин., добавляют 25 мл петролейного эфира с точкой кипения не выше 60°. Закрыв пробку у цилиндра, сильно встряхивают раствор в течение 1 мин. и дают ему отстояться час. Трубка крана цилиндра должна быть заполнена эфиром-жировым раствором. Нужно следить, чтобы там не оставались пузырьки воздуха. Отсчитав объем отстоявшегося эфиром-жирового раствора по делениям на цилиндре, приоткрывают пробку и выливают через кран в сухую, взвешенную с точностью до 0,001 г, коническую колбу емкостью в 100 мл, определенный объем эфиром-жирового раствора (примерно 35 мл), отмечают новое положение верхней границы эфиром-жирового раствора и по разности показаний вычисляют объем слитого в колбочку раствора.

Колбу с эфиром-жировым раствором ставят на водяную баню и соединив с холодильником, отгоняют эфир при температуре воды 60—70°, повышая ее к концу отгонки эфира до кипения.

Остаток в колбе сушат при температуре 100° в течение часа, затем охлаждают колбу в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г.

После этого вторично ставят колбу в сушильный шкаф на 0,5 часа и после охлаждения снова взвешивают.

Высушивание продолжают до тех пор, пока два смежных взвешивания будут разниться друг от друга не более чем на 0,001 г или вес колбы начнет увеличиваться.

Процентное содержание жира вычисляют по формуле:

$$жс = \frac{(б - а) \cdot z}{в \cdot д} \cdot 100,$$

где: жс — процентное содержание жира,

а — вес пустой колбочки,

б — вес колбочки с жиром после сушки,

в — навеска взятого молока,

z — объем эфирно-жирового раствора в цилиндре,

д — объем слитого в колбочку эфирно-жирового раствора.

Сущность метода. Сущность метода состоит в извлечении жира из молока эфиром. Серный эфир непосредственно из молока жир не извлекает, поэтому предварительно нужно подействовать на молоко щелочью, чтобы перевести казеино-кальциевые соли в более растворимые, уменьшить величину адсорбции и тем сделать жирные шарики доступными действию серного эфира. Благодаря прибавлению винного спирта в растворе удерживается ряд экстрактивных в спирте веществ. Прибавлением петролейного эфира достигается ненасыщение серного эфира водой. В присутствии спирта и петролейного эфира серный эфир извлекает только жир и жироподобные вещества. Отделив эфирно-жирный слой и отогнав эфир, взвешивают жир.

Из всех методов определения жира в молоке этот метод считается наиболее точным.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКОВЫХ ВЕЩЕСТВ

а) Определение общего количества белков

1) По Кьельдалю

Отмеривают в стаканчик с пробкой (бюксу) 10 мл молока, взвешивают с точностью до 0,01 г, выливают молоко в специальные грушеобразные с длинным горлом колбы емкостью в 250—300 мл (рис. 15) так, чтобы по возможности не замочить горло колбы; пустой стаканчик вновь взвешивают и по разности веса стаканчика с молоком и без него определяют вес взятого для анализа молока.

При менее точных работах можно молоко не взвешивать, а отмеривать пипеткой 10 мл. При этом вес молока будет равен 10, умноженному на плотность исследуемого молока.

К молоку в колбе прибавляют 1—2 капли металлической ртути или 1 г сернистой меди и 20 мл концентрированной химически чистой серной кислоты плотностью 1,84. Последнюю наливают осторожно по стенкам горлышка колбы, смывая с них капли молока, если они остались при вливании в колбу. От прибавления серной кислоты к молоку оно сильно нагревается и чернеет. Колбы укрепляют в наклонном положении на асбестовой сетке над пламенем горелки или над электроплиткой и нагревают осторожно на слабом огне. По окончании вспенивания нагревание усиливают, доводят

жидкость до кипения и продолжают нагревание, удалив асбестовую сетку, до исчезновения темной или бурой окраски и полного просветления жидкости.

Во избежание слишком сильного выкипания жидкости полезно вставить в горло колбы стеклянную грушу или небольшую воронку, на которой выходящие пары воды и серной кислоты конденсируются

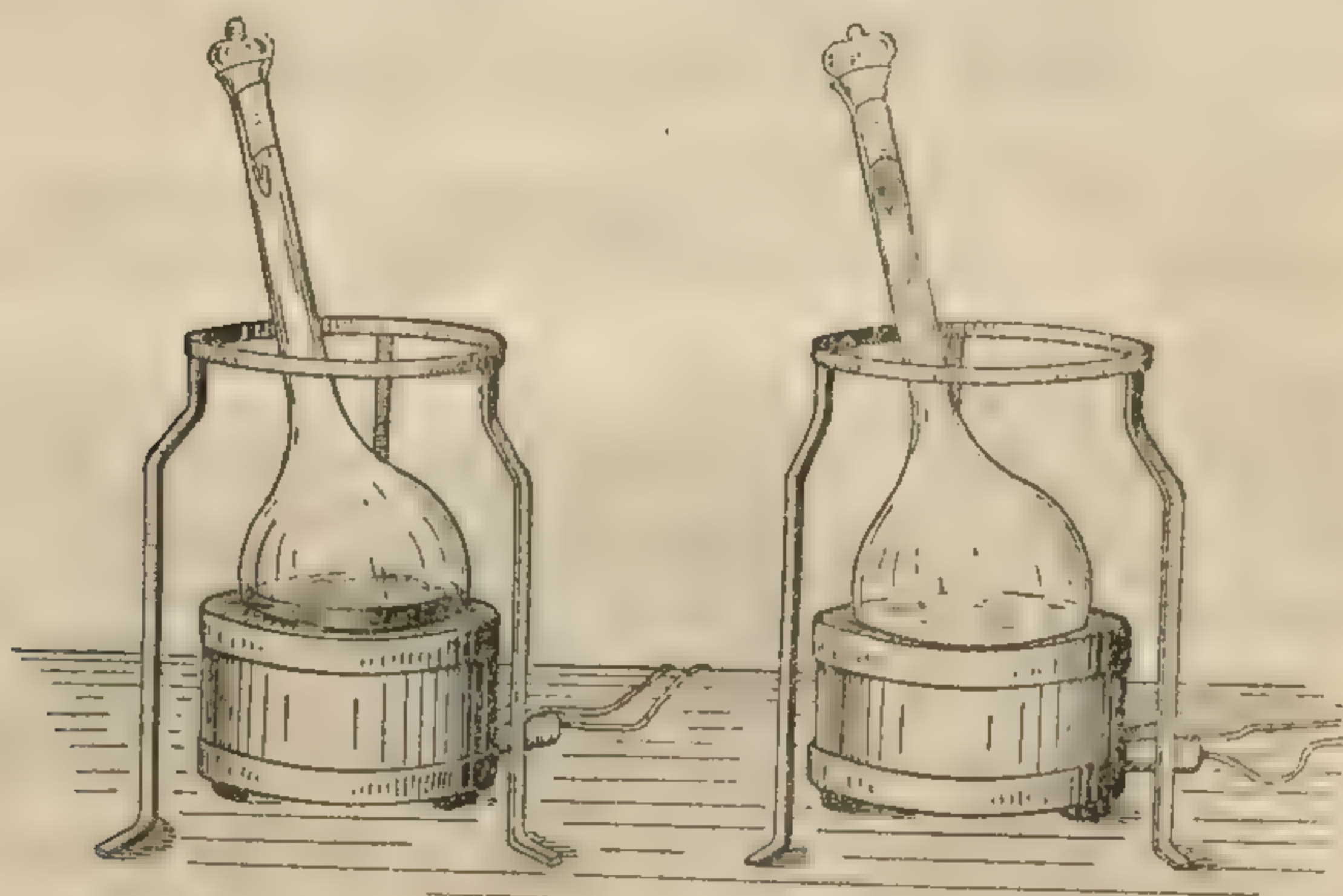


Рис. 15. Сжигание молока в грушеобразных колбах

и стекают обратно в колбу. Такое приспособление является необходимым при широких горлах у колб. Полное сжигание белковых веществ требует обычно нескольких часов. Во избежание образования сильной пены при сжигании рекомендуется бросать в колбу небольшой кусочек парафина. Если сжигание произведено не до конца, количество азота будет найдено меньше действительного. Когда сжигание окончено и прозрачная жидкость примет зеленоватый или слегка желтоватый оттенок с совершенно белым осадком, нагревание продолжают еще полчаса для окончательного разрушения жирных кислот.

Иногда случается, что содержимое колбы окислилось полностью, но в горлышке, на стенках остаются не окисленные части. Если они находятся близко от расширенной части колбы, то их смывают осторожным побалтыванием содержимого колбы, благодаря чему жидкость попадает в основание горла и захватывает несгоревшие частички. Если же они оказались более высоко, то, дав колбе охладиться, их смывают несколькими каплями серной кислоты, приливая ее по стенкам колбы. Затем колбу нагревают снова некоторое время до просветления раствора, после чего заканчивают сжигание.

По окончании сжигания жидкость охлаждают, разводят осторожно приблизительно 100 мл воды, взбалтывают, переливают в дестилляционную колбу емкостью 500—700 мл, колбу для сжигания несколько раз ополаскивают небольшими порциями воды, так чтобы общее количество прибавленной воды составляло 200—250 мл. Все

промывные воды сливают в ту же дестилляционную колбу и затем приступают к отгонке аммиака, для чего собирают прибор, как указано на рис. 16.

Для приемки перегоняющегося аммиака берут коническую колбу емкостью около 400 мл и отмеривают в нее из бюретки 60—80 мл 0,1 N раствора H_2SO_4 (реактив 9), после чего колбу подставляют под прибор так, чтобы конец перегонной трубки был погружен в кислоту. Количество титрованной серной кислоты, отмериваемой в приемную колбу, зависит от количества белковых веществ в исследуемом молоке. 60—80 мл серной кислоты является достаточным количеством для нормального молока с содержанием белковых веществ 3,3—3,5%. Если количество белковых веществ в исследуемой пробе больше или меньше, то соответствующим образом нужно увеличить или уменьшить количество отмеренной серной кислоты. При этом имеют в виду, что каждый целый процент белковых веществ в молоке при сжигании 10 мл его требует для нейтрализации выделяющегося аммиака около 10 мл 0,1 N раствора H_2SO_4 и что после окончания перегонки в приемной колбе должно остаться не менее 20 мл 0,1 N раствора H_2SO_4 , чтобы быть уверенным в том, что количество взятой 0,1 N H_2SO_4 в приемной колбе достаточно для поглощения всего выделяющегося аммиака.

К отмеренному количеству 0,1 N раствора серной кислоты в приемной колбе прибавляют несколько капель того индикатора, с которым будут по окончании отгонки оттитровывать оставшуюся серную кислоту.

Наличие индикатора в приемной колбе дает возможность наблюдать за реакцией жидкости в процессе перегонки и в случае нужды во-время прибавить еще серной кислоты. Подставив под перегонный аппарат приемную колбу, готовят раствор в дестилляционных колбах к перегонке.

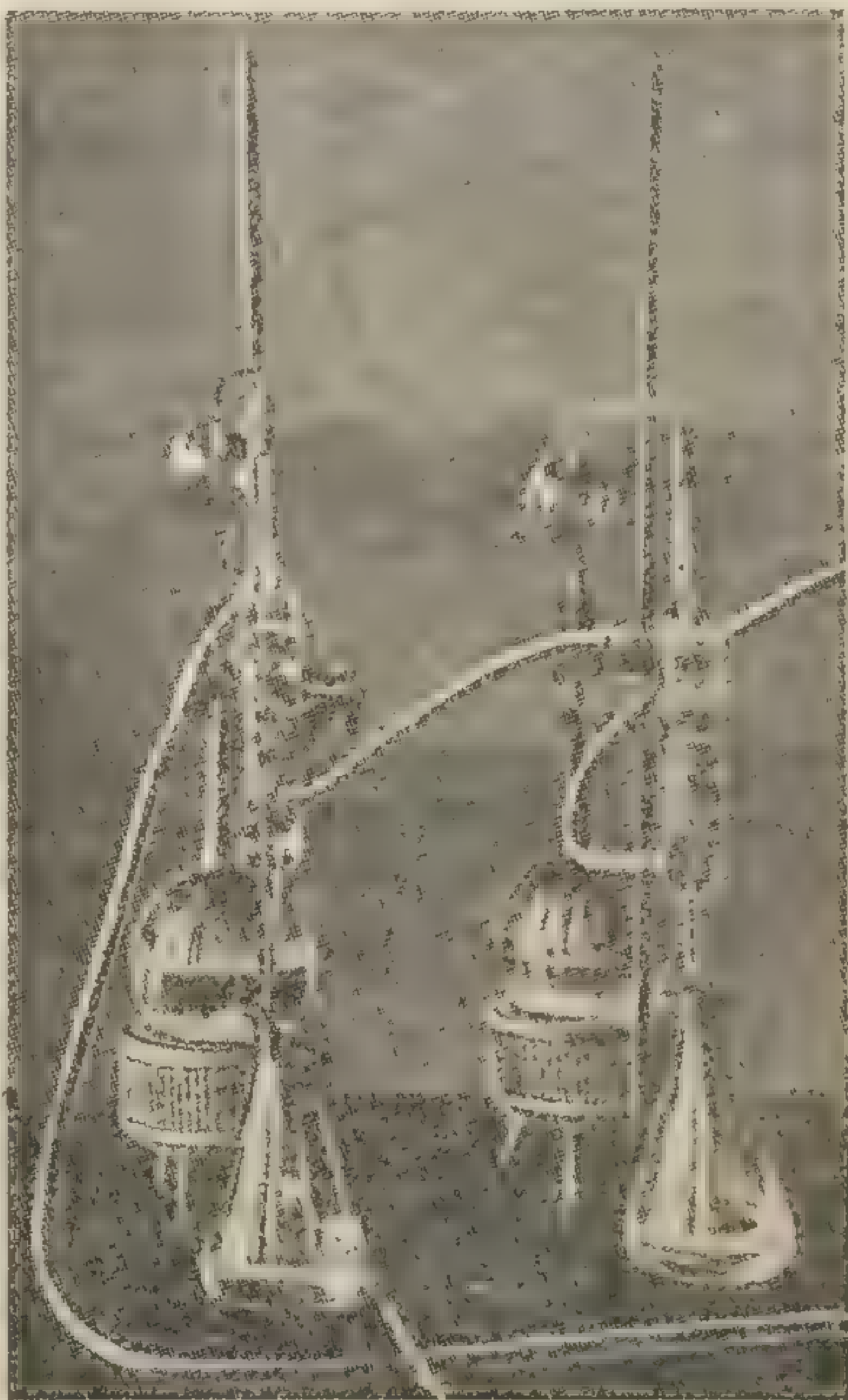


Рис. 16. Прибор для перегонки аммиака

Если сжигание велось с ртутью, то приливают в дестилляционную колбу 25 мл 4%-ного раствора сернистого калия или натрия; если сжигание шло без ртути, сернистых солей не прибавляют.

Держа дестилляционную колбу в левой руке в несколько наклонном положении, осторожно по стенке приливают 100 мл 33%-ного раствора едкого натрия или 120 мл 33%-ного едкого калия.

После этого бросают в колбу на кончике ножа порошкообразную пемзу, а в случае прибавления при сжигании Hg — щепотку цинковой пыли, и, придав колбе вертикальное положение, тотчас же соединяют ее каучуковой пробкой с перегонным аппаратом. Осторожное приливание едкого натрия и быстрое соединение колбы с перегонным аппаратом необходимо во избежание потери аммиака, который может выделяться в это время и улетучиться из колбы. Так как выделение и отгонка аммиака идут только в щелочном растворе, то лучше убедиться в достаточности количества прибавленного NaOH, особенно если употребляется вновь приготовленный раствор щелочи, бросив в колбу предварительно (до приливания щелочи) кусочек красной лакмусовой бумажки. Посинение ее указывает на достаточное количество NaOH, в противном случае прибавляют еще NaOH до щелочной реакции. Соединив дестилляционную колбу с перегонным аппаратом, пускают в холодильник воду, зажигают под колбой огонь или включают ток в электроприбор, смотря по тому, каким способом ведут нагревание, и отгоняют аммиак в приемник.

Перегонку прекращают после того, как будет отогнано 250—300 мл, на что требуется приблизительно 35—40 мин.

Окончание перегонки определяют лакмусовой бумажкой, для чего перегонную трубку вынимают из колбы и каплями стекающей из холодильника жидкости смачивают красную лакмусовую бумажку. Если выделение аммиака в дестилляционной колбе прекратилось, красная бумажка не будет синеть, в противном случае перегонку продолжают.

Во время перегонки необходимо внимательное и постоянное наблюдение за ходом перегонки, так как уменьшение силы нагрева может вызывать втягивание жидкости из приемной колбы в дестилляционную, что влечет порчу анализа. Поэтому все время наблюдают за перегонкой и в случае подъема жидкости в перегонной трубке сейчас же на короткое время вынимают ее из приемной колбы, давая поднявшейся жидкости стечь обратно в колбу, после чего конец трубки вновь опускают в приемную колбу. Целесообразно в этом случае в качестве перегонной трубки применять специальный аллонж с большим шаром*.

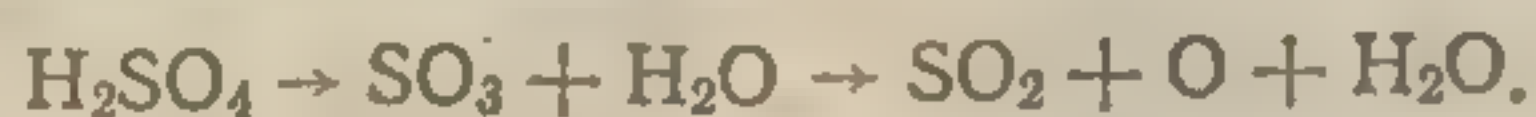
* Для предотвращения втягивания жидкости во время перегонки можно рекомендовать вставить в пробку дестилляционной колбы стеклянную трубку с суженным концом. Суженный конец трубки опускают до самого дна дестилляционной колбы, а верхний открытый конец трубки должен выступать над пробкой. Тогда, при ослаблении нагрева в приборе и в силу этого понижения давления в дестилляционной колбе, наружный воздух быстро втягивается в колбу через вставленную трубку, уравнивая давление, и поднятия жидкости в перегонной трубке не происходит.

По окончании перегонки определяют в приемной колбе количество оставшейся несвязанной серной кислоты, титруя раствор 0,1 N едкой щелочью (реактив 10), пользуясь в качестве индикатора 0,1%-ным раствором метилоранжа или 0,5%-ным спиртовым раствором метилрота.

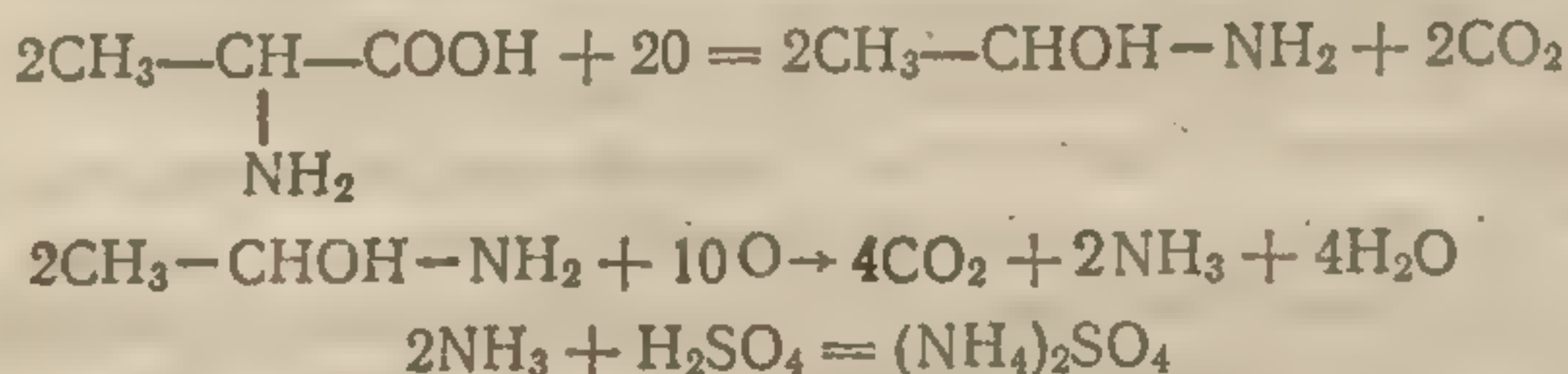
По окончании титрования расчет ведут следующим образом: количество миллилитров 0,1 N раствора щелочи, израсходованного на нейтрализацию серной кислоты в приемной колбе, вычитают из количества миллилитров 0,1 N раствора H_2SO_4 , отмеренной в приемную колбу для поглощения аммиака. Разность, умноженная на 0,0014 (1 мл 0,1 N H_2SO_4 соответствует 0,0014 г азота), дает количество азота во взятой навеске молока.

Зная количество азота в молоке, переводят его на белковое соединение. Для этого найденное количество азота умножают на 6,45. Результат выражают в процентах.

Сущность метода Кьельдаля. Органические вещества при нагревании окисляются крепкой серной кислотой до CO_2 и H_2O , а азот аминогрупп переводится в сернокислый аммоний. Серная кислота при нагревании разлагается на сернистый ангидрид, воду и кислород:

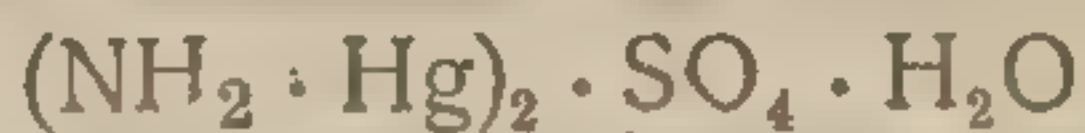


Выделяющийся атомарный кислород окисляет белковые вещества. Для примера возьмем одну из аминокислот.



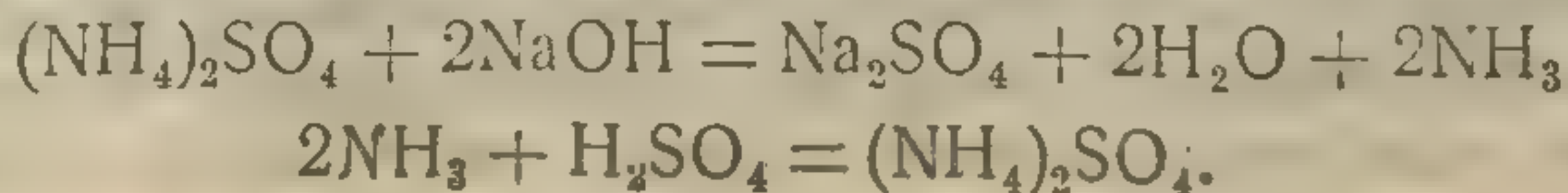
Для ускорения реакции вносят катализатор Hg или $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Таким образом, весь аминный азот белковых веществ после окончания окисления оказывается в форме аммонийной соли. Если при окислении была прибавлена ртуть, то она частично вступает в реакцию с аминогруппой, давая меркурамидное соединение:



Это соединение наряду с $(NH_4)_2SO_4$ в силу большой концентрации раствора частично выпадает в колбе в виде белого осадка, иногда желтеющего при прибавлении воды.

Переводя азот белковых соединений в форму сернокислого аммония и часть в меркурамидное соединение, определяют количество азота в форме аммиака; для этого разрушают меркурамидное соединение, восстанавливая его водородом (прибавляя цинковую пыль), а сернокислый аммоний переводят в аммиак, добавляя щелочь, и отгоняют в перегонном аппарате. Выделяющийся аммиак улавливают 0,1 N раствором H_2SO_4 , налитым в приемную колбу.



По разности между количеством 0,1 N раствора H_2SO_4 , взятым в приемную колбу, и оставшейся серной кислоты после реакции с NH_3 определяют количество выделившегося при реакции NH_3 . При вычислении исходят из соображения, что 1 мл 0,1 N раствора H_2SO_4 , связанного аммиаком, соответствует 0,0014 г азота.

Коэффициент 6,45 получается из расчета содержания азота в молочных белках в среднем в количестве 15,5%, откуда количество белков по азоту будет:

$$\frac{N \cdot 100}{15,5}.$$

2) Полумикрометод А. Овчинникова

5 мл молока в мерной колбе на 50 мл разводят водой до метки. Затем на аналитических весах отвешивают 2—3 г разведенного молока в грушеобразную с длинным горлом колбу (емкостью на 50 мл) и сжигают его с прибавлением 3 мл H_2SO_4 плотностью 1,84 и 1 мл 7%-ного раствора $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. После сжигания молока, как указано на стр. 24, раствор переливают в перегонную колбу (емкостью 100 мл) или оставляют в той же колбе, в которой проводилось сжигание, введя в нее трубку для перегонки с водяным паром. Перед перегонкой в колбу прибавляют 8—10 мл дистиллированной воды и 7—8 мл 40%-ного раствора $NaOH$.

В приемную колбу отмеривают из бюретки 10 мл 0,02 N раствора H_2SO_4 и прибавляют 2 капли 0,1%-ного раствора метилоранжа. Перегонку ведут, пропуская водяной пар.

Избыток 0,02 N раствора H_2SO_4 после отгонки аммиака оттитровывают 0,02 N раствором $NaOH$.

Расчет количества N производят, учитывая разбавление молока и зная, что 1 мл 0,02 N раствора кислоты соответствует 0,00028 г N.

3) Колориметрический микрометод Марголина [5]

Небольшую навеску молока, отвешенную на аналитических весах (1—2 капли молока, около 0,1 г), вносят в маленькую грушеобразную с длинным горлом колбу или пробирку так, чтобы капли молока попадали на дно колбы или пробирки, но не на стенки. Добавляют 0,5 мл H_2SO_4 плотностью 1,84 (свободной от окислов азота), 1—2 капли 10%-ного раствора $CuSO_4$, крупинку $KHSO_4$ и все нагревают на огне до почернения жидкости. После этого в жидкость прибавляют несколько капель пергидроля и осторожно продолжают нагревание до тех пор, пока жидкость делается совершенно прозрачной, светлозеленого цвета. Тогда раствор охлаждают, разбавляют небольшим количеством дистиллированной воды, свободной от аммиака (реактив 11), и переводят в мерную колбу на 50 мл; доводят дистиллированной водой до метки и взбалтывают. Количество N определяют колориметрически с реактивом Несслера (реактив 12).

следующим образом: в одну пробирку компаратора (рис. 17) наливают сухой пипеткой 5 мл приготовленного для определения N раствора, в другую — 5 мл стандартного раствора $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (реактив 13), содержащего 0,01 мл N. В каждую пробирку добавляют по 2 мл реактива Несслера (реактив 12) содержимое перемешивают и, просматривая через зеленое стекло, сравнивают окраску растворов.

Если испытуемый раствор имеет более интенсивную окраску, чем стандартный, то в отдельных сухих пробирках разбавляют испытуемый раствор в 2, 3 и т. д. раза водою и определение повторяют снова, пока не получатся совершенно одинаковые окраски в испытуемом и стандартном растворах. Содержание белка (в %) вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{0,01 \cdot a \cdot 100 \cdot 6,45}{b},$$

где: x — процент белка в молоке,

0,01 — содержание N в мг в 5 мл стандартного раствора,

a — разведение испытуемого раствора,

6,45 — пересчет N на белки,

b — навеска молока (в мг) в 5 мл раствора.

Пример. Навеска молока в 5 мл раствора — 0,009 г. Для совпадения окраски испытуемого раствора со стандартным раствор разбавлен в 5 раз. Содержание белка в молоке (в %):

$$x = \frac{0,01 \cdot 5 \cdot 100 \cdot 6,45}{9,0} = 3,583\%.$$

б) Определение казеина

1) Метод кислотного титрования

В коническую колбу или химический стакан емкостью в 200 мл вливают 80 мл воды, 20 мл исследуемого молока и хорошо перемешивают. Затем прибавляют по каплям при постоянном несильном помешивании из бюретки 0,04 N раствор серной кислоты (реактив 9) до тех пор, пока казеин не выпадет большими хлопьями. Обычно требуется для выпадения казеина 22—30 мл кислоты, хотя при

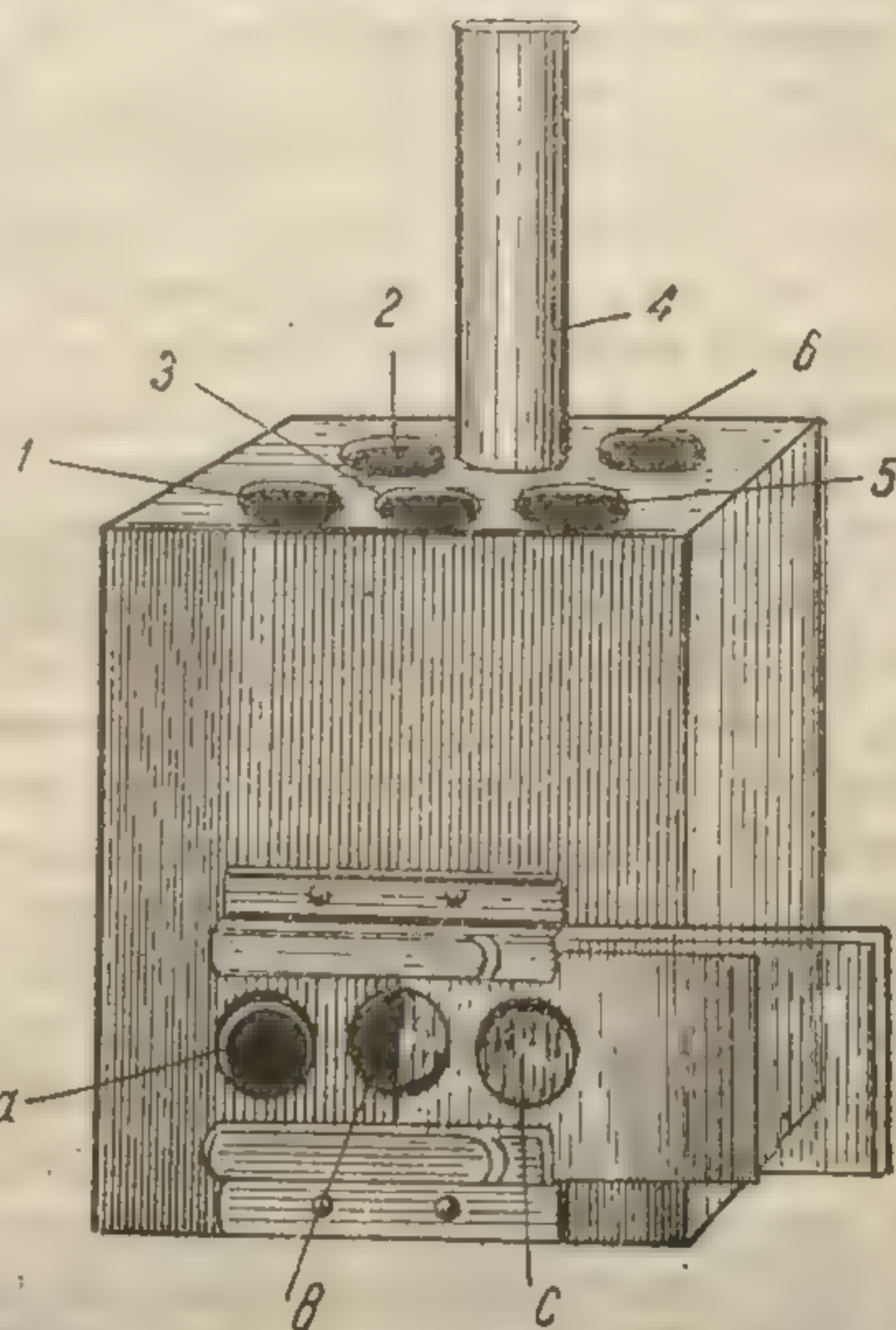


Рис. 17. Компаратор

большом содержании белков, как в молозиве, кислоты может пойти и больше. Избытка кислоты, как и его недостатка, следует избегать. Спустя 3—5 мин. жидкость фильтруют через сухой простой фильтр в сухую мерную колбу емкостью 100 мл. Если количество серной кислоты прибавлено правильно, фильтрат получается совершенно прозрачный, и на фильтрацию 100 мл жидкости затрачивается 10—15 мин. После осаждения казеина и фильтрования его берут вторую коническую колбу или химический стакан (емкостью в 200 мл) и, так же как в первый раз, отмеривают 80 мл воды, 20 мл молока и приливают из бюретки при постоянном помешивании такое же количество 0,04 N серной кислоты, которое было прибавлено в первую пробу. Затем, прибавив к раствору 1 мл 2%-ного раствора фенолфталеина (реактив 14), титруют жидкость 0,1 N раствором NaOH (реактив 10) до слабозащого окрашивания. Приближение окончания титрования становится заметным по переходу прозрачного раствора в молочную жидкость вследствие растворения хлопьев казеина. Титрование щелочью производят немедленно по выделении хлопьев казеина серной кислотой, так как иначе хлопья труднее растворяются в щелочи и титрование займет больше времени, хотя точность результатов от этого не пострадает. Количество щелочи, пошедшей на титрование, записывается.

К этому времени первая жидкость уже отфильтровывается, 100 мл ее из мерной колбы переливают в стакан емкостью 200 мл. Мерную колбу ополаскивают 3 раза небольшим количеством воды, сливают эту воду в тот же стакан, прибавляют 1 мл 2%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором NaOH до слабозащого окрашивания. Записывают количество щелочи, пошедшей на нейтрализацию, и перечисляют это количество на все количество взятого молока, так как при титровании мы брали лишь 100 мл раствора (сыворотки), а общий объем жидкости слагался из молока, воды и серной кислоты. Расчет этот легко произвести по формуле:

$$\frac{a \cdot (100 + b)}{100},$$

где: a — количество мл 0,1 N щелочи, пошедшей на нейтрализацию 100 мл отфильтрованного раствора (сыворотки).

b — количество серной кислоты, прибавленной для выделения казеина.

Количество казеина в 20 мл молока получается, если разность между количеством щелочи, пошедшей на нейтрализацию всего количества молока первой и второй проб, умножить на 0,11315 (1131,5 — эквивалентный вес казеина). Пусть на нейтрализацию второй пробы молока пошло C мл щелочи, тогда количество казеина в 20 мл будет равняться:

$$K = \left[C - \frac{a \cdot (100 + b)}{100} \right] \cdot 0,11315.$$

Чтобы выразить в процентах содержание казеина (в 100 мл молока), нужно умножить полученное число на 5, так как для исследования было взято 20 мл молока.

Пример. Пусть на титрование 100 мл первого отфильтрованного раствора пошло 5,3 мл 0,1 N щелочи, на титрование второго раствора 11,4 мл щелочи и для выделения казеина прибавлено 23,5 мл 0,04 N H_2SO_4 . Тогда количество казеина в 20 мл молока будет равно:

$$K = \left[11,4 - \frac{5,3(100 + 23,5)}{100} \right] \cdot 0,11315 = 0,54932.$$

В 100 мл молока содержание казеина составит $0,54932 \times 5 = 2,75$ г. или в 100 г. молока: $2,75 \times 0,97 = 2,67\%$.

Сущность метода. Казеин молока обладает кислой реакцией, и поэтому разность между количеством щелочи, пошедшей на нейтрализацию молока и молочной сыворотки (после выделения кислотой казеина), дает количество щелочи, пошедшей на казеин. Отсюда, зная на основании опытных данных эквивалентный вес казеина, находят количество казеина.

2) Метод акад. Перова, модифицированный Горбачевой «Сальвиж» [6]

5 мл молока разводят в 10 раз дистиллированной водой в небольшом химическом стакане, затем сюда же прибавляют 0,30 мл 10%-ной уксусной кислоты до осаждения казеина. Если осаждение не происходит, количество уксусной кислоты увеличивают, прибавляя

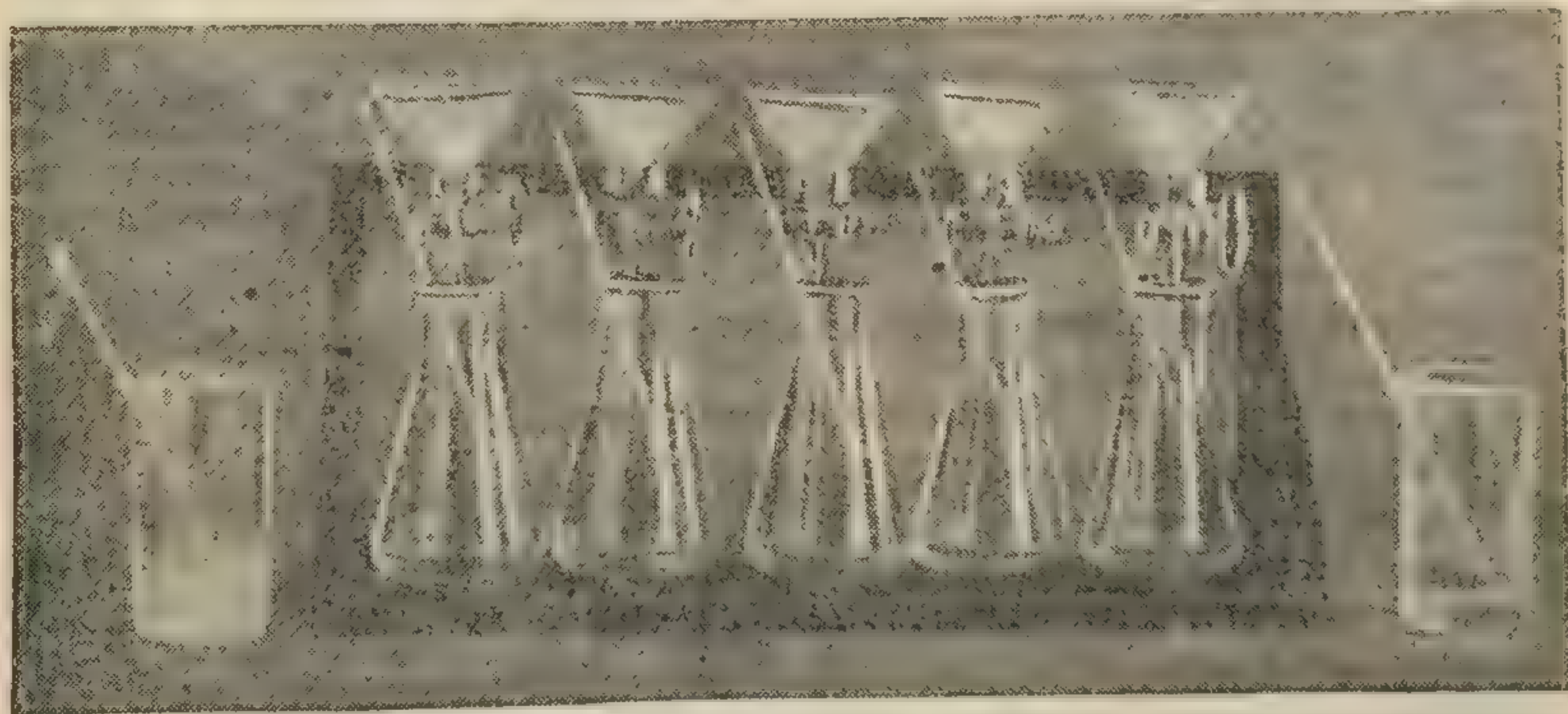


Рис. 18. Прибор Горбачевой для фильтрования казеина и альбумина

ее по каплям до тех пор, пока образование осадка не прекратится. После осаждения казеина ожидают 3 мин. и жидкость фильтруют через простой фильтр (диаметром 9 см), вложенный в небольшую воронку диаметром 5—6 см, с краном (рис. 18). Казеин, оставшийся на фильтре, промывают дистиллированной водой 3—4 раза. Когда промывание казеина окончено, сгустки казеина осторожно стеклянным шпателем переносят с фильтра в коническую колбу емкостью 50—100 мл. Затем воронку с остатками казеина устанавливают (на

штативе) над колбой, кран у воронки закрывают, а в воронку наливают нагретый до 60—70° 5%-ный нейтральный водный раствор салициловокислого натрия в количестве 5 мл. Кусочки казеина, если растворение их идет медленно, осторожно растирают на фильтре стеклянным шпателем. Раствор казеина в салициловокислом натрии в воронке выпускают через кран в колбу с основной массой казеина. Фильтр промывают 3 раза раствором салициловокислого натрия, спускаемая жидкость в ту же колбу. Затем колбочку с казеином и салициловокислым раствором опускают в баню с водой, нагретой до 75—80°, и держат в ней, слегка побалтывая, пока весь казеин не растворится (обычно около 5 мин.). По растворении казеина раствор охлаждают и титруют 0,02 N раствором NaOH (реактив 10) с 3 каплями 2%-ного раствора фенолфталеина (реактив 14) до появления розовой окраски.

По количеству израсходованной щелочи вычисляют количество казеина, исходя из положения, что на нейтрализацию 0,1 г чистого казеина идет 4,1 мл 0,02 N раствора щелочи. Поэтому полученное количество миллилитров 0,02 N раствора щелочи делят на 4,1 и умножают на 0,1. Полученное произведение дает количество казеина в граммах в 5 мл молока, откуда рассчитывают количество казеина в процентах, умножая на 20 и на 0,97.

Метод дает правильные результаты и в молске, консервированном 10%-ным $K_2C_2O_7$.

Сущность метода. Казеин, представляя собой кислоту, требует для нейтрализации определенного количества щелочи (8,2 мл 0,1 N раствора щелочи на 1 г казеина). Выделив свободный казеин из казеино-кальциевой соли молока и промыв хорошо водой, его растворяют в нейтральном растворе салициловокислого натрия, после чего нейтрализуют щелочью.

в) Определение альбумина (альбуминной фракции)

1) Метод тепловой коагуляции

5 мл молока в небольшом химическом стакане разбавляют дистиллированной водой в 5 раз. Затем к разбавленному молоку прибавляют 0,30 мл 10%-ной уксусной кислоты до осаждения казеина. Если осаждение не происходит, количество уксусной кислоты увеличивают, прибавляя ее по каплям до тех пор, пока не прекратится образование осадка. После осаждения казеина ожидают 3 мин. и жидкость фильтруют через простой фильтр в химический стакан. Казеин, оставшийся на фильтре, промывают 3 раза дистиллированной водой, собирая промывные воды в тот же стакан с фильтратом. Можно специально фильтрат не получать, а воспользоваться фильтратом, который остается при определении казеина по методу «Сальвиж» (стр. 31), после осаждения казеина уксусной кислотой. Полученный фильтрат нагревают до кипения, выделяются крупные хлопья белка. Затем в горячий раствор прибавляют 2 капли 2%-ного раствора фенолфталеина и 0,1 N раствора щелочи до появления розовой окраски. Если раствор был горячий, то после прибавления щелочи

выпадает еще некоторое количество белков. В случае остывания раствора к моменту нейтрализации его нагревают до температуры кипения. Раствор охлаждают, фильтруют, и осадок после промывания сжигают по методу Кьельдаля.

Полученное количество азота пересчитывают на альбумин, умножая его на коэффициент 6,38. Для определения количества альбумина в 100 г молока результат умножают на 20 и на 0,97.

2) Ускоренный метод Горбачевой

5 мл молока разбавляют в небольшом химическом стакане 5 частями дистиллированной воды и осаждают казеин 10%-ным раствором уксусной кислоты, прибавляя ее осторожно из бюретки при помешивании раствора. Выделившиеся хлопья казеина отфильтровывают через простой фильтр, промывают их 2 раза водой, порциями приблизительно по 10 мл, собирая фильтрат и промывные воды в колбу или стакан. Выделенный казеин может быть определен по методу Перова (стр. 31). В фильтрат с промывными водами добавляют 1 мл 10%-ного раствора NaOH и, взболтав, ставят на 5—10 мин. в баню при температуре воды около 70—75° (не выше), время от времени помешивая жидкость. Через короткое время жидкость начинает приобретать зеленую окраску с желтоватым оттенком. Для практического определения степени омыления удобно пользоваться сравнением образовавшейся окраски со стандартной окраской 2%-ного раствора хромовокислого калия.

После того как появилась окраска, совпадающая со стандартной окраской, жидкость охлаждают для прекращения реакции и белок альбуминной фракции осаждают 10%-ным раствором уксусной кислоты. Осаждение ведут осторожно, следя за исчезновением желтой окраски, после исчезновения которой появляется осадок, хлопья белка. Если осадок не образуется, прибавляют еще несколько капель уксусной кислоты. Обычно на осаждение белков идет 0,9—1,1 мл 10%-ного раствора уксусной кислоты.

После осаждения белков раствор оставляют на 3—5 мин. в покое, отстоявшаяся жидкость должна быть совершенно прозрачная; если этого не наблюдается, прибавляют еще несколько капель уксусной кислоты.

Полученный осадок белка отфильтровывают на стеклянной воронке с краном (как для казеина по Перову), промывают 4 раза для удаления уксусной кислоты и солей, а затем осадок собирают шпателем с фильтра в коническую колбу на 50 мл. Остаток белка на фильтре растворяют горячим раствором нейтрального 5%-ного раствора салициловокислого натрия, вливая его на воронку по 5 мл. Чтобы белок альбуминной фракции быстрее и полнее растворился, его на фильтре слегка разминают стеклянным шпателем. Первые 5 мл салициловокислого натрия растворяют остатки белка на фильтре, а последующими порциями промывают фильтр. Белок на фильтре растворяется быстро, если только после фильтрования он не

подсох, почему растворение нужно вести сейчас же после фильтрования. Всего на растворение альбуминной фракции на фильтре и на промывание идет 15—20 мл салициловокислого натрия. Раствор белка в салициловокислом натрии сливают в колбу, в которой находится белок, перенесенный с фильтра. Растворение белка ускоряют подогревом жидкости в горячей воде (75—80°).

Когда весь белок растворится, раствор титруют 0,02 N раствором NaOH с двумя каплями 2%-ного раствора фенолфталеина до слабозеленой окраски. Так как раствор имеет слегка желтую окраску, благодаря присутствию осмоленного молочного сахара и розовая окраска слегка маскируется, то следует колбочку ставить при титровании на белую бумагу. По количеству израсходованной на титрование щелочи вычисляют количество белка из расчета, что на 1 г белка идет 41 мл 0,02 N щелочи (8,2 мл 0,1 N щелочи). Следовательно, количество альбуминной фракции белка в 5 мл молока равняется:

$$x = \frac{a}{41} \text{ г},$$

где: x — количество (в г) альбуминной фракции молока,
 a — мл. 0,02 N раствора NaOH, пошедшие на нейтрализацию.

Для вычисления содержания альбумина в 100 г молока результат умножают на 20 и 0,97.

г) Определение отдельных азотистых веществ

Общее количество азота определяют сжиганием 10 мл молока по Кьельдалю.

К а з е и н. 10 г молока и 90 мл воды нагревают до 40—42° и к смеси прибавляют каплями около 0,5 мл 10%-ной уксусной кислоты до полного выпадения казеина в хлопьях. Жидкость энергично перемешивают, пока казеин не собьется в большие хлопья, после чего его фильтруют через простой складчатый фильтр в колбу. Осадок промывают на фильтре несколько раз водой, сливая промывные воды в ту же колбу, в которую собирался фильтрат от казеина, а осадок переносят вместе с фильтром в грушеобразную с длинным горлом колбу, где его сжигают обычным способом по Кьельдалю. Количество казеина определяют, умножив найденное количество азота на 6,45. Содержание азота казеина и казеина пересчитывают в процентах по отношению к молоку. Можно осадок на фильтре не сжигать, а, промыв его тщательно водой, обработать 3 раза 96%-ным спиртом и не менее 5 раз серным эфиром. После этого осадок с фильтром высушивают при 100—102° и взвешивают. В этом случае фильтр, через который производилась фильтрация, должен быть предварительно высушен и взвешен.

А л ь б у м и н. Фильтрат после отделения казеина нейтрализуют 2%-ным раствором щелочи с несколькими каплями 2%-ного ра-

створа фенолфталеина и нагревают до кипения. Выделившийся альбумин отфильтровывают в коническую колбу через простой фильтр, промывают на нем 3 раза горячей водой и переносят в грушеобразную с длинным горлом колбу, в которой азот альбумина определяют по методу Кьельдаля. Умножая полученное количество азота на коэффициент 6,38, находят количество альбумина. Содержание азота и альбумина перечисляют на проценты в молоке. Можно осадок на фильтре промыть водой, обработать 3 раза 96%-ным спиртом, 5 раз серным эфиром, высушить при температуре 100—102° и взвесить, предварительно определив вес высушенного при 100—102° фильтра (до фильтрования).

Альбумозы. Фильтрат после определения альбумина нагревают до 70°, прибавляют к нему 1 мл 50%-ного раствора серной кислоты и насыщают сернистым цинком до выпадения альбумоз. После охлаждения осадок отфильтровывают через простой фильтр, промывают несколько раз насыщенным раствором сернистого цинка и водой, подкисленной серной кислотой. Затем осадок с фильтром сжигают по методу Кьельдаля и определяют количество азота альбумоз, перечисляя его на процентное содержание в молоке. Содержание альбумоз можно получить, умножив количество азота на 6,45.

Пептоны. Отмеривают пипеткой 50 мл молока в мерную колбу емкостью 250 мл, смешивают со 100 мл воды, подкисляют 2%-ным раствором серной кислоты (около 5 мл) и прибавляют по каплям 20%-ный раствор фосфорно-вольфрамовой кислоты, пока не прекратится выпадение осадка (осаждаются казеин, альбумин, альбумозы и пептоны). Затем жидкость разбавляют водой до объема в 250 мл, взбалтывают и фильтруют через простой сухой фильтр. Жидкость проверяют на полноту осаждения, — фильтрат не должен мутиться от капли раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты. 50 мл фильтрата выпаривают в грушеобразной с длинным горлом колбе до возможно меньшего объема (5—10 мл), прибавляют серной кислоты и сжигают как обычно по методу Кьельдаля, определяя азот, количество которого перечисляют на процентное содержание в молоке, умножением на 10 и на 0,97. Полученная цифра представляет азот аминокислот, аммиака и других продуктов распада белков молока.

Разница между общим количеством азота в молоке и азота в фильтрате после осаждения фосфорно-вольфрамовой кислотой дает азот пептонов, казеина, альбумина и альбумоз. Вычитая из этой величины азот казеина, альбумина и альбумоз, получают азот пептонов (иногда азот альбумоз не вычисляют и тогда получают пептоны вместе с альбумозами).

Аммиак. 100 мл предыдущего фильтрата (после выпадения осадка от фосфорно-вольфрамовой кислоты) переливают в круглодонную длинногорлую колбу емкостью 300—400 мл, нейтрализуют едким натрием по лакмусу и прибавляют около 1 г магнезии (MgO); затем соединяют колбу с перегонным прибором (см. рис. 16). Конец перегонной трубки опускают в мерный цилиндр емкостью 100 мл,

в который наливают 20—30 мл 0,1 *N* раствора серной кислоты. Подставив под колбу горелку, ведут перегонку до получения 40 мл дистиллата, наблюдая изменение уровня жидкости в цилиндре. Затем цилиндр отставляют и под конец перегонной трубки подставляют второй мерный цилиндр с 20 мл 0,1 *N* раствора серной кислоты. Перегонку продолжают, пока во второй цилиндр не перегонится 20 мл дистиллата. Избыток серной кислоты в обоих цилиндрах оттитровывают 0,1 *N* раствором щелочи, пользуясь в качестве индикатора 0,1%-ным спиртовым раствором конгорота или 0,1%-ным раствором метилоранжа. По количеству 0,1 *N* раствора щелочи, пошедшей на нейтрализацию, находят количество 0,1 *N* раствора серной кислоты, связанной аммиаком в каждом цилиндре, откуда определяют количество аммиака в молоке. Для этого берут $\frac{1}{3}$ количества серной кислоты, связанной во втором мерном цилиндре, и складывают с количеством серной кислоты, связанной в первом цилиндре.

Сумму умножают на 0,0014 (1 мл 0,1 *N* раствора H_2SO_4 соответствует 0,0014 г азота) и получают количество аммиачного азота в 100 мл фильтрата, который получен из 20 мл молока, откуда находят процентное содержание аммиачного азота (умножением полученной цифры на 5 и на 0,97).

При необходимости вести расчет на аммиак количество связанной 0,1 *N* серной кислоты после всех пересчетов умножают на 0,0017.

Такого рода фракционную перегонку ведут, чтобы учесть азот аммиака, находящийся в молоке, и откинуть аммиак, который образуется во время перегонки благодаря расщепляющему действию щелочей на белки (Белоусов [7]).

Аминокислоты. Из общего количества азота в фильтрате, полученного при определении пептонов (после осаждения их фосфорновольфрамовой кислотой), вычитают количество аммиачного азота, относя его к тому же количеству фильтрата или беря процентное содержание азота в фильтрате и процентное содержание аммиачного азота. Разность дает количество азота аминокислот.

Непосредственно аминокислоты определяют методом ван-Слайка.

д) Определение азота аминокислот

Для определения аминного азота в молоке пользуются сывороткой, после выделения казеина уксусной кислотой и альбумина.

Аппарат (рис. 19 и 20) состоит из следующих частей: резервуара *E* емкостью 65 мл (в котором происходит реакция), соединенного с бюреткой *G* (для отмеривания исследуемого раствора) и делительной воронкой *D*. Между резервуаром *E*, бюреткой *G* и делительной воронкой *D* имеются стеклянные краны (*F* и *J*).

В верхней части резервуар *E* переходит в капиллярную трубку, которая соединяет его с измерительной бюреткой *B* стеклянным краном *H* с двумя параллельными ходами. Между краном *H* и резервуаром *E* имеется еще кран *A* с тройным ходом, посредством кото-

рого резервуар *E* или бюретку *B* можно соединить с выводной трубкой *K*.

Бюретка *B* имеет объем 150 мл, ее узкая часть, объемом 40 мл, проградуирована на 0,1 мл, а в нижней широкой части бюретки отметки отстоят друг от друга на 1,0 мл.

Приступая к анализу, наполняют пипетку *L* щелочным раствором перманганата (50 г KMnO_4 и 25 г KOH в 1 л воды в таком количестве, чтобы нижний шар был полный, а верхний наполнен только на $\frac{1}{4}$ объема. Наполнением пипетки раствор перманганата доводится по узкой трубке *M* до крана *H*. Бюретка *B* и

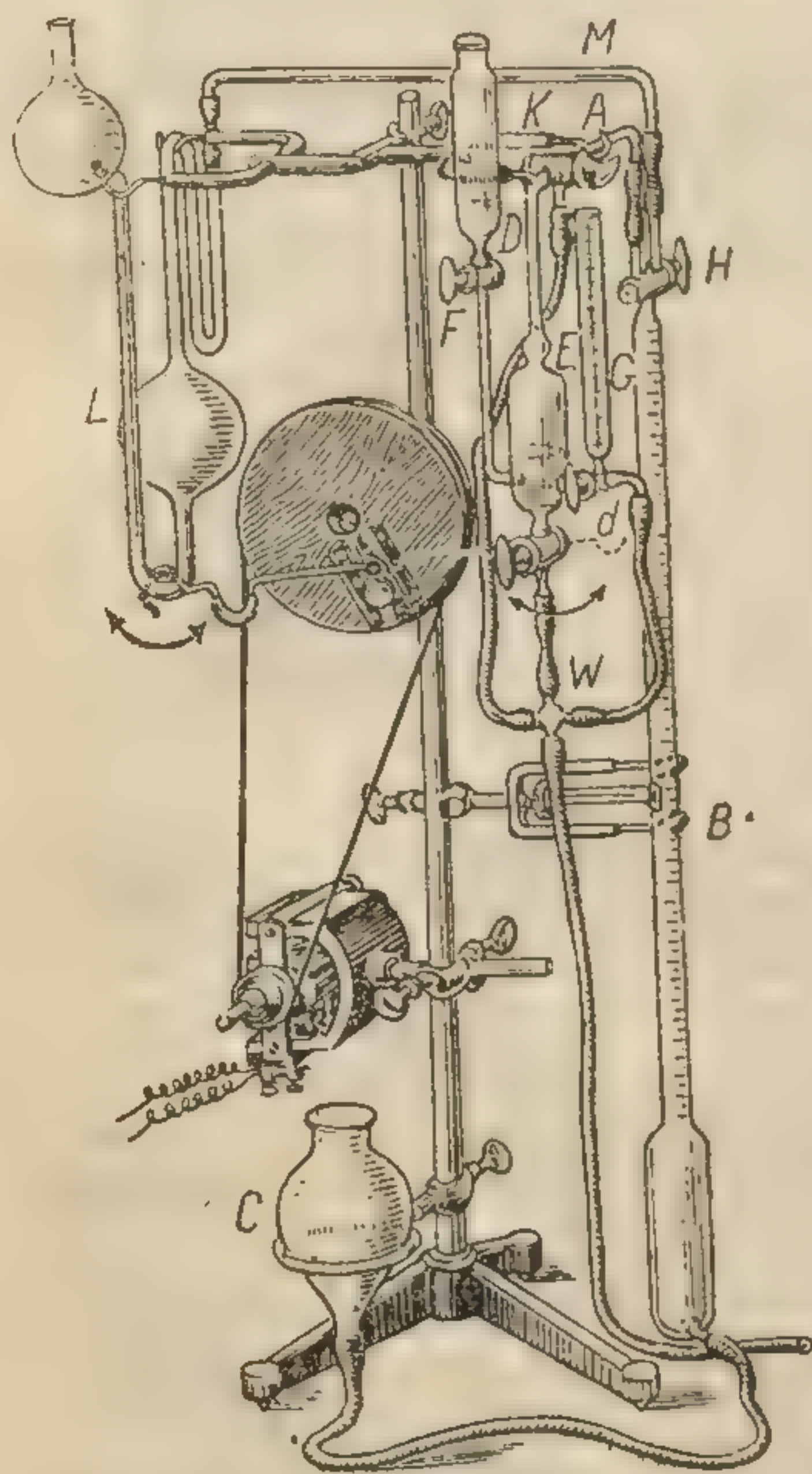


Рис. 19. Аппарат

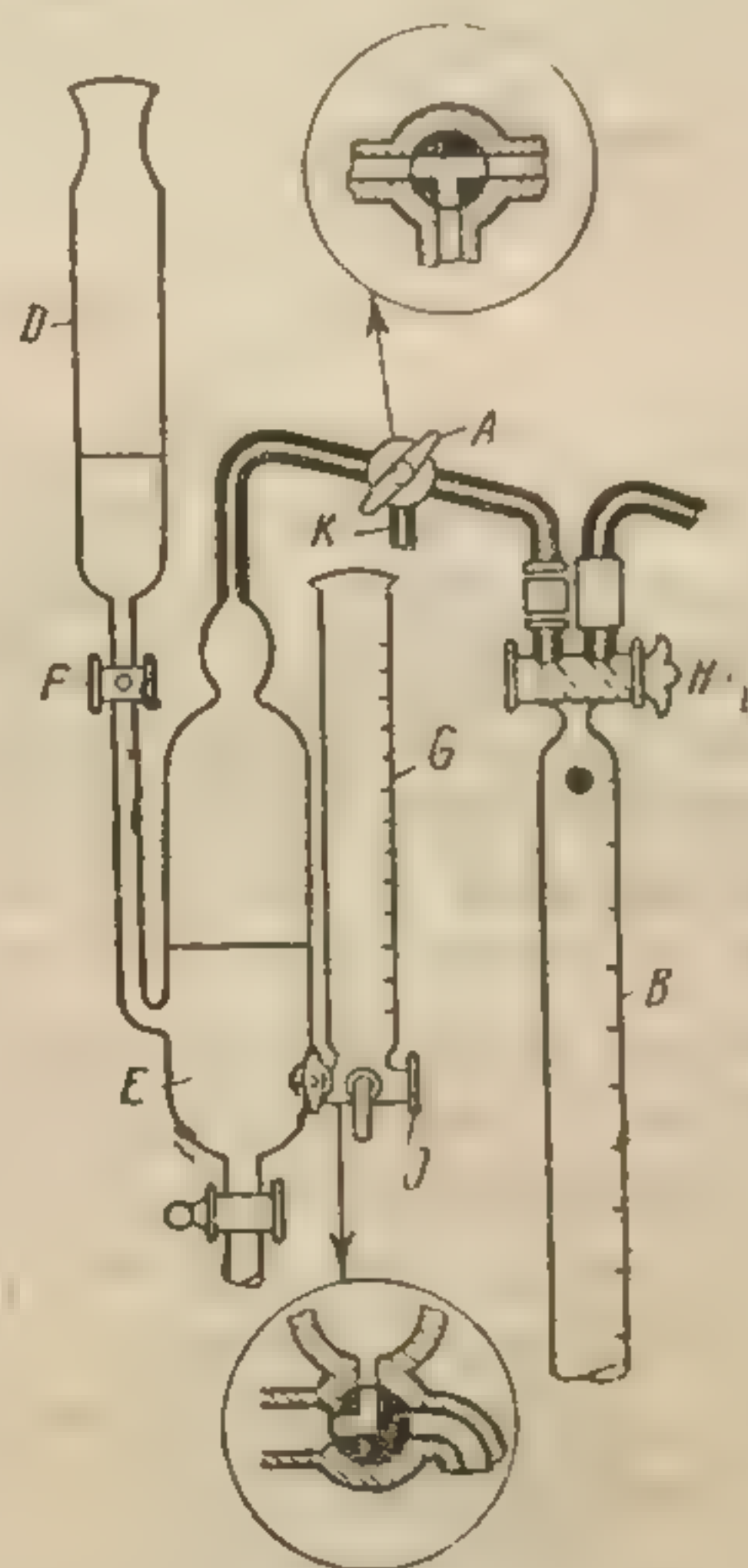


Рис. 20. Часть аппарата

груша *C* наполняется 1%-ным раствором прокипяченной серной кислоты, причем поднятием груши заставляют раствор наполнить бюретку до двухходового крана бюретки *H*.

После наполнения бюретки и пипетки растворами сообщают тройной кран *A* и кран *H* с бюреткой *B* и резервуаром *E*. В делительную воронку *D* вливают 28 мл раствора нитрита (30 г NaNO_2 в 100 мл воды) и опусканием груши *C* вводят его в резервуар *E* так, чтобы небольшое количество жидкости осталось поверх крана *F* (см. рис. 20). Воздух из бюретки *B* выводят через кран *A* в выводную трубку *K*. Затем в делительную воронку *D* наливают 7 мл 50%-ного раствора ледяной уксусной кислоты и опусканием груши *C* при открытом

кране *F* вводят уксусную кислоту в резервуар *E*. Вылив уксусную кислоту, наполняют делительную воронку *D* до половины объема дистиллированной водой, после чего, опуская грушу *C*, заставляют жидкость из делительной воронки *D* наполнить весь резервуар *E* до крана *A*, который в этот момент закрывают.

При введении в резервуар *E* уксусной кислоты начинается реакция между азотистокислым натрием и уксусной кислотой с выделением N_2O_3 . Газ вытесняет часть жидкости из резервуара *E* обратно в делительную воронку (кран *F* остается открытым). Встряхиванием резервуара *E* выделение газа усиливают. Когда количество газа дойдет до 5—10 мл, открывают кран *A*, ставя кран *H* на соединение с бюреткой *B*. Опусканием груши *C* засасывают газ в бюретку *B*, а оттуда, после поворота крана *A*, поднятием груши выводят газ через трубку наружу. Это делается для удаления следов воздуха и азота из растворов реактивов. Удалив газы, капилляр от крана *H* до крана *A* заполняют 1%-ным раствором серной кислоты из бюретки, подняв соответствующим образом грушу *C* так, чтобы часть жидкости вылилась через трубку *K*. Потом переводят кран *A* на прямое сообщение бюретки с резервуаром, закрывают кран *H*, открывают кран *F* и потряхиванием резервуара *E* моторчиком достигают выделения 30—40 мл газа, отчего часть жидкости из резервуара *E* переходит опять в делительную воронку *D*. Затем закрывают кран *F* и через кран *H* сообщают резервуар *E* с бюреткой *B*. После этого осторожным опусканием груши *C* вводят из бюретки *G* через кран *J* 10 мл исследуемого раствора, которые должны по расчету содержать не более 20 мл аминного азота. Закрыв все краны, кроме крана между резервуаром *E* и бюреткой *B*, вновь встряхивают в течение 5 мин. резервуар *E*. Открыв краны *F* и *H*, выделившийся газ переводят из резервуара *E* в бюретку *B*, опуская грушу *C* до тех пор, пока жидкость не дойдет точно до крана *H*.

При введении исследуемого раствора в резервуар *E* объем газа в нем должен быть 10—15 мл, для того чтобы при встряхивании жидкость из резервуара *E* не попала в узкую капиллярную трубку, иначе ее будет трудно оттуда удалить и при переводе газа в бюретку *B* она будет всасываться вместе с газом.

Если при вливании исследуемой жидкости в резервуар *E* там начинается обильное выделение пены, то через ту же бюретку *G* вводят в резервуар *E* 1—2 мл амилового спирта.

После того как весь газ из резервуара *E* переведен в бюретку *B*, кран *H* переключают на соединение с пипеткой *L* и, поднимая грушу *C*, перегоняют газ в первый шар пипетки до тех пор, пока раствор из бюретки *B* не дойдет по капилляру до шарообразного расширения пипетки. Тогда кран *H* закрывают и пипетку *L* покачивают. Происходит окисление N_2O_3 в N_2O_5 , который вместе с CO_2 поглощается щелочным перманганатом, находящимся в пипетке *L*. Для полноты поглощения пипетку покачивают в течение 1—2 мин., после чего оставшийся в ней азот переводится обратно в бюретку *B* соответствующим опусканием груши *C*. Переводить газ в бюретку нужно

очень осторожно, чтобы раствор перманганата не попал в бюретку, а дошел бы только до крана *H*, который в этот момент закрывают.

Объем газа измеряют, поднимая грушу *C* на уровень мениска в бюретке *B*. Чтобы удостовериться, что весь N_2O_3 окислен и поглощен перманганатом, газ из бюретки *B* переводят в пипетку *Z* и из последней, после 1—2 мин. покачивания, — вновь в ту же бюретку *B*. При этом вторично изменяют объем газа. Переводят газ из бюретки в пипетку и обратно, открывая кран *H* и поднимая грушу *C*, а после встряхивания — опуская грушу и закрывая кран *H*.

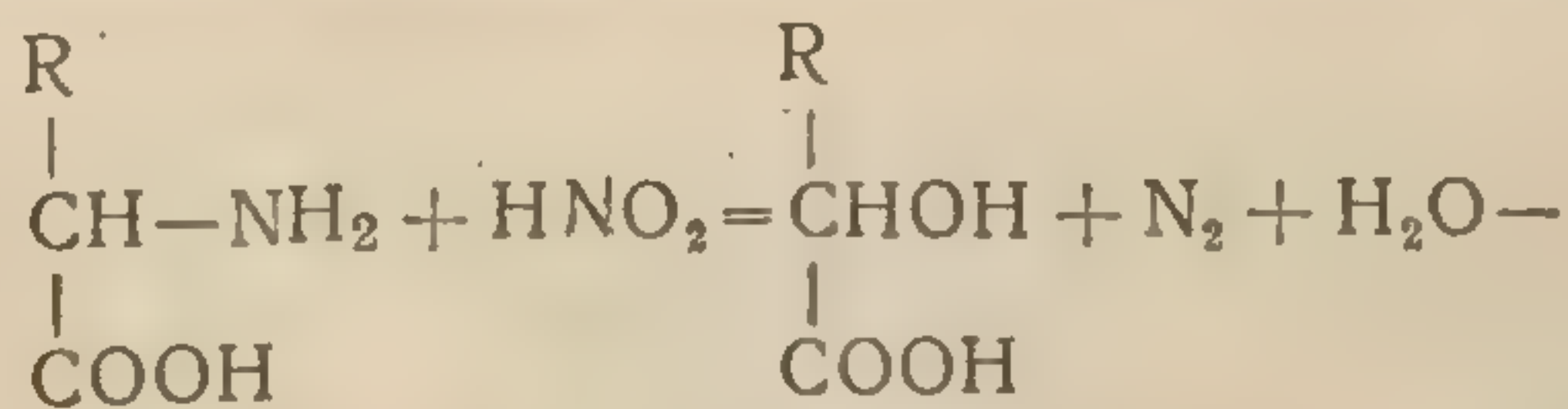
Бюретку *B* оставляют в покое на 10 мин., затем отсчитывают объем газа в ней и записывают температуру окружающего воздуха и барометрическое давление. Из полученного объема азота вычитают поправочную величину на объем воздуха, вносимого с 10 мл поступающего раствора и свободного азота, выделяемого азотистокислым натрием. Для этого в тех же условиях проводят контрольный опыт, вводя вместо исследуемой жидкости воду.

Объем азота воздуха, вносимого с 10 мл исследуемого раствора, установленный на основании опытных данных, составляет величину около 0,16 мл, каковая и вычитается из полученной при исследовании цифры объема азота.

После внесения всех этих поправок по объему выделившегося азота находят количество миллиграммов азота аминокислот, пользуясь табл. 1, в 10 мл исследуемого раствора.

Если величина атмосферного давления выходит за предел цифр, приведенных в табл. 1, то соответствующее число миллиграммов азота можно найти, руководствуясь тем, что увеличение атмосферного давления на каждые 2 мм дает повышение веса азота приблизительно на 0,0015 мг.

Сущность метода основана на взаимодействии первичных аминов с азотистой кислотой. В результате реакции —



выделяется молекулярный азот, объем которого и определяет количество аминокислот.

Реакция аминокислот с азотистой кислотой по времени протекает различно: так α -аминокислоты реагируют быстрее, чем кислоты, аминогруппа которых дальше удалена от карбоксила; лизин реагирует обеими аминогруппами при 20° только за 30 мин.; аммиак и метиламин требуют от 1,5 до 2 час.; мочева кислота — даже 8 час., давая в 1 час только 50% всего азота. Гуанидин, индол, пролин, оксипролин и имидазольный азот совсем не реагируют с азотистой кислотой и поэтому по ван-Слайку определены быть не могут; азот триптофана выделяется лишь на 50%, гистидина на 30% и аргинина

Таблица 1.

Определение веса азота по объему в зависимости от температуры и давления
Вес 1 мл азота (в мг)

Темпера- тура (в °C)	Д а в л е н и е (в мм рт. ст.)						
	730	732	734	736	738	740	742
11	0,5695	0,5710	0,5725	0,5745	0,5760	0,5775	0,5790
12	0,5670	0,5685	0,5700	0,5720	0,5735	0,5750	0,5765
13	0,5645	0,5650	0,5695	0,5710	0,5725	0,5740	0,5755
14	0,5620	0,5650	0,5665	0,5680	0,5700	0,5715	0,5730
15	0,5595	0,5610	0,5624	0,5655	0,5670	0,5685	0,5705
16	0,5570	0,5585	0,5600	0,5615	0,5630	0,5645	0,5660
17	0,5540	0,5565	0,5575	0,5590	0,5605	0,5620	0,5635
18	0,5515	0,5530	0,5545	0,5560	0,5500	0,5595	0,5610
19	0,5490	0,5505	0,5520	0,5585	0,5550	0,5565	0,5580
20	0,5460	0,5475	0,5495	0,5510	0,5525	0,5540	0,5555
21	0,5435	0,5450	0,5465	0,5480	0,5495	0,5510	0,5525
22	0,5410	0,5425	0,5440	0,5455	0,5470	0,5485	0,5500
23	0,5380	0,5395	0,5410	0,5425	0,5440	0,5455	0,5470
24	0,5350	0,5365	0,5380	0,5400	0,5415	0,5430	0,5445
25	0,5325	0,5340	0,5355	0,5370	0,5385	0,5400	0,5415

Д а в л е н и е (в мм рт. ст.)

744	746	748	750	752	754	756	758	760	762	764	766	768
								0,5035	0,5050	0,5065	0,5080	0,5095

Д а в л е н и е (в мм рт. ст.)

744	746	748	750	752	754	756	758	760	762	764	766	768
0,5805	0,5820	0,5840	0,5855	0,5870	0,5885	0,5900	0,5915	0,5935	0,5950	0,5965	0,5980	0,5995
0,5780	0,5795	0,5815	0,5930	0,5845	0,5860	0,5875	0,5890	0,5905	0,5925	0,5940	0,5955	0,5970
0,5755	0,5770	0,5785	0,5805	0,5820	0,5835	0,5850	0,5865	0,5880	0,5895	0,5910	0,5930	0,5945
0,5730	0,5745	0,5760	0,5775	0,5790	0,5805	0,5825	0,5840	0,5855	0,5870	0,5885	0,5900	0,5915
0,5705	0,5720	0,5735	0,5750	0,5765	0,5780	0,5795	0,5810	0,5830	0,5845	0,5860	0,5875	0,5890
0,5675	0,5690	0,5710	0,5725	0,5740	0,5755	0,5770	0,5785	0,5800	0,5815	0,5830	0,5850	0,5865
0,5650	0,5665	0,5680	0,5695	0,5710	0,5730	0,5745	0,5760	0,5775	0,5790	0,5805	0,5820	0,5835
0,5625	0,5640	0,5655	0,5670	0,5685	0,5700	0,5715	0,5730	0,5745	0,5760	0,5780	0,5795	0,5810
0,5595	0,5610	0,5630	0,5645	0,5660	0,5675	0,5690	0,5705	0,5720	0,5735	0,5750	0,5765	0,5780
0,5570	0,5585	0,5600	0,5615	0,5630	0,5645	0,5660	0,5675	0,5690	0,5705	0,5725	0,5740	0,5755
0,5540	0,5555	0,5575	0,5590	0,5605	0,5620	0,5635	0,5650	0,5665	0,5680	0,5695	0,5710	0,5725
0,5515	0,5530	0,5545	0,5560	0,5575	0,5590	0,5605	0,5620	0,5635	0,5650	0,5665	0,5680	0,5695
0,5485	0,5500	0,5515	0,5530	0,5545	0,5560	0,5575	0,5595	0,5610	0,5625	0,5640	0,5655	0,5670
0,5460	0,5475	0,5490	0,5505	0,5520	0,5535	0,5550	0,5565	0,5580	0,5595	0,5610	0,5625	0,5640
0,5430	0,5445	0,5460	0,5475	0,5490	0,5505	0,5520	0,5535	0,5550	0,5565	0,5580	0,5595	0,5610

на 25%; аспарагин реагирует только аминогруппой, азот амидо-группы не выделяется.

Таким образом, при определении азота аминокислот определяют не весь азот этих соединений. Исследования показывают, что количество азота аминокислот в сыре, найденное по этому методу, нужно умножить на 1,66, чтобы получить действительную величину. Этот коэффициент, выведенный на основании работ Сандберга, условен, так как количество азотистых соединений, не реагирующих с азотистой кислотой, в отдельных образцах сыров непостоянно.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДНОГО ЧИСЛА МОЛОКА

К 10 мл молока прибавляют 1 мл 0,5%-ного раствора фенол-фталейна и нейтрализуют 0,09 N раствором гидрата окиси стронция до слабо розового окрашивания. Затем к нейтрализованному молоку прибавляют 2 мл предварительно нейтрализованного 40%-ного формалина и титруют смесь 0,09 N раствором гидрата окиси стронция до слабозеленой окраски.

Количество израсходованного 0,09 N раствора гидрата окиси стронция, перечисленное на нормальный раствор и на литр молока, представляет альдегидное число.

Умножая это число на 0,17, получают приблизительное количество азотистых веществ в молоке в процентах.

При пользовании вместо гидрата окиси стронция 0,1 N раствором NaOH получают значение альдегидного числа меньше приблизительно в 1,1 раз.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОГО САХАРА

а) Рефрактометрический метод

Определение молочного сахара в коровьем молоке рефрактометрами имеет большое применение в лабораторной практике. Для молока других животных этот метод не применим без предварительных опытных исследований, так как величина рефракции сыворотки молока различных животных не изучена.

Рефрактометрический метод определения молочного сахара по сравнению с объемным способом дает цифры в пределах $\pm 0,08\%$.

Правильные цифры содержания молочного сахара в молоке рефрактометрическим методом получаются при нормальной кислотности молока ($16-18^\circ T$). При исследовании молока с повышенной кислотностью в произведенные отсчеты вносят поправку, учитывая, что повышение кислотности молока против нормальной величины в пределах кислотности $18-30^\circ$ увеличивает показания процентного содержания молочного сахара на $0,011\%$ на каждый лишний градус кислотности (свыше 18°), в пределах кислотности $30-80^\circ$ на $0,008\%$. Так, при кислотности молока в 28° содержание молочного сахара, найденное по величине рефракции равным $4,89\%$, следует уменьшить на $0,011 \cdot 10 = 0,11\%$ и, следовательно, правильное содержание молочного сахара будет $4,89 - 0,11 = 4,78\%$.

Получение молочной сыворотки для определения процентного содержания молочного сахара в молоке рефрактометрическим методом. Отмеривают пипеткой 5 мл исследуемого молока в толстостенные пробирки, прибавляют 5—6 капель 4%-ного раствора хлористого кальция. Пробирки закрывают корковыми или каучуковыми пробками и, чтобы они не выскакивали, перевязывают их крепкой ниткой, после чего помещают на 10 мин. в кипящую баню. Вынув пробирки из бани, их охлаждают до 15°, обращая внимание на то, чтобы капли конденсирующейся воды не оставались на стенках пробирки, в противном случае конденсат осторожно смешивают с выделившейся сывороткой. Затем сыворотку втягивают в стеклянную трубку, заткнутую в нижнем конце куском гигроскопической ваты для фильтрации сыворотки; каплю прозрачной жидкости (слабая муть не мешает отсчету) из трубки помещают между призмами рефрактометра.

Рефрактометры существуют нескольких систем и отсчет показаний в них различен.

1) Рефрактометр (производство Киевского завода)

Рефрактометр состоит (рис. 21) из корпуса *B* и подставки *R*. На корпусе помещается камера, имеющая две стеклянные призмы: *E* — нижняя неподвижная и *H* — верхняя откидная, открывающаяся посредством штифта *G*. При помощи зеркала *S* луч света направляется при исследовании светлых растворов в верхнее отверстие, т. е. в призму *H*, при темно окрашенных растворах — в нижнее отверстие, в призму *E*. В этом случае верхнее отверстие закрывается съемной заслонкой. При исследовании откидывают рукояткой *G* верхнюю призму, хорошо оплавленной стеклянной палочкой наносят на поверхность ниж-

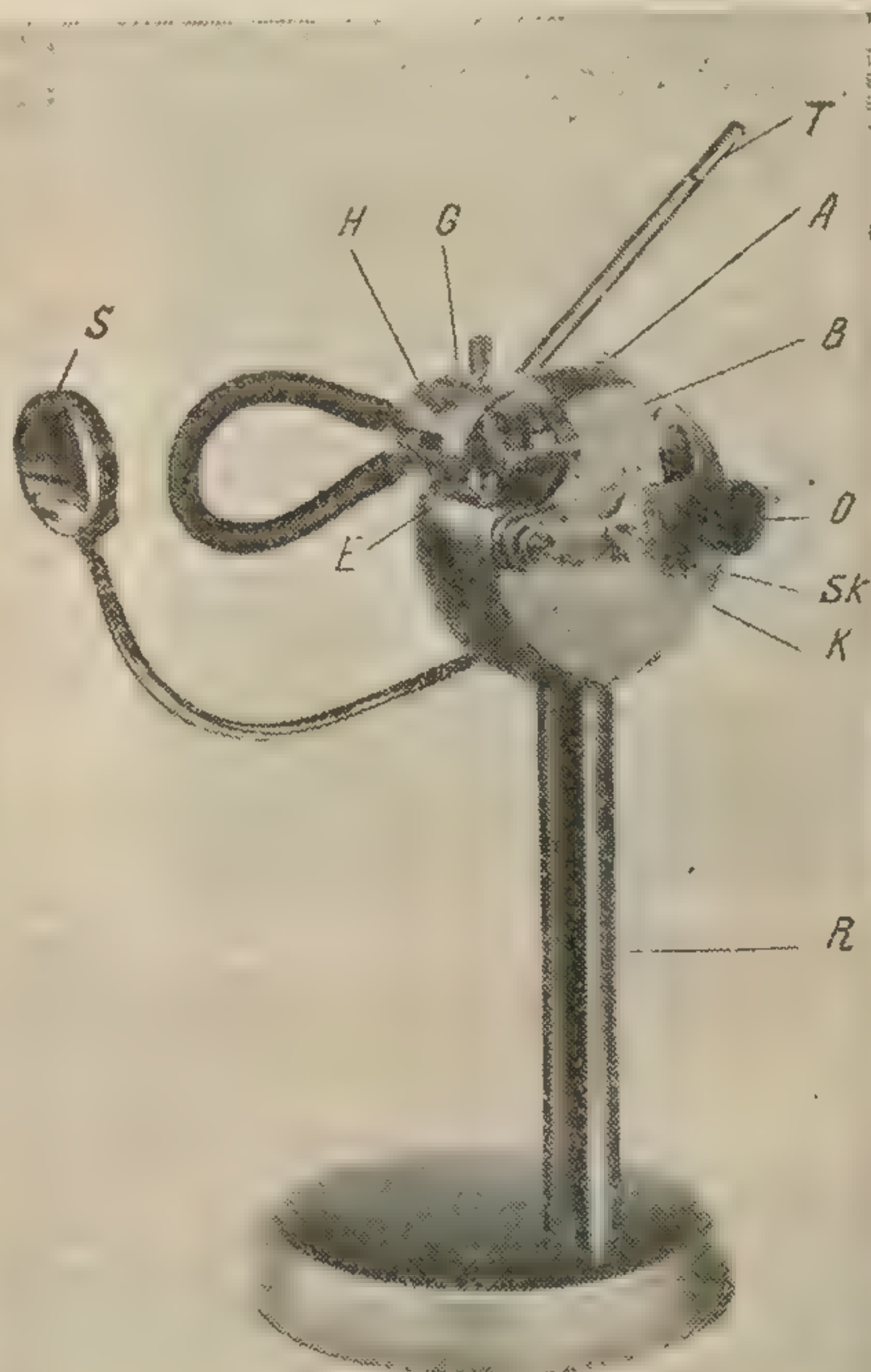


Рис. 21. Рефрактометр

ней призмы каплю приготовленной сыворотки и немедленно опускают верхнюю призму. При нанесении капли нельзя прикасаться палочкой к призме рефрактометра, чтобы не поцарапать ее. Наблюдая в окуляр *O*, вращением его головки устанавливают поле зрения на фокус. Вращением, рычажка *K* устраняют расплывчатость и радужную окраску границы светотени. После этого передвижением окуляра добиваются полного совпадения границы света и тени с указателем, имеющим вид пунктира или круга с точкой посередине. По левой шкале рефрактометра производят отсчет коэффициента преломления, так как правая шкала показывает процентное содержание сухого вещества. В соответствии со сделанным отсчетом по табл. 2 находят процентное содержание молочного сахара. Определение в рефрактометре производят при температуре 20°, которую наблюдают по термометру *T*. Эта температура поддерживается в рефрактометре водой, протекающей через полости, окружающие призмы посредством простой установки (рис. 22) или специальными банями с терморегуляторами.

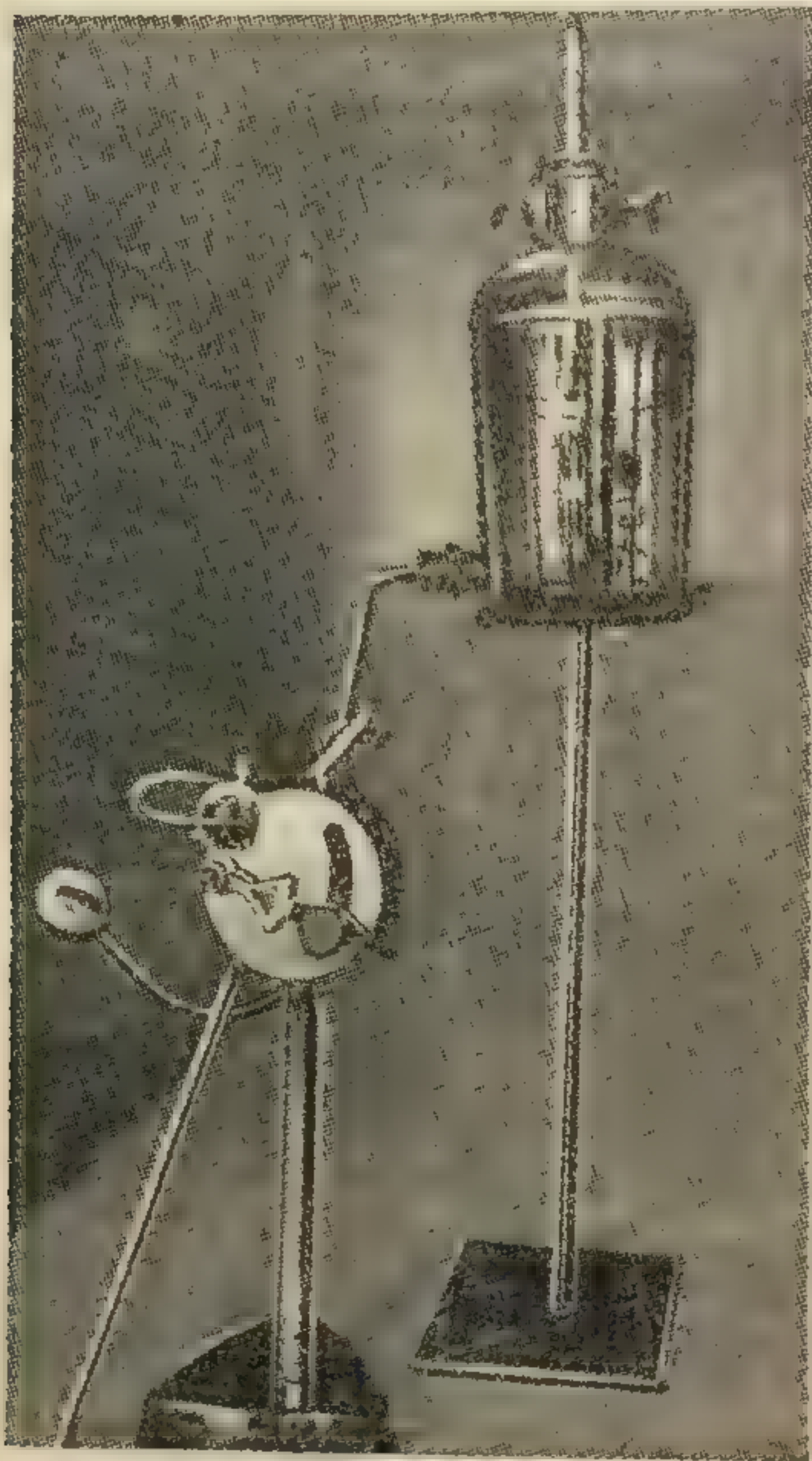


Рис. 22. Простая установка для поддержания необходимой температуры в рефрактометре

По окончании работы призмы рефрактометра промывают дистиллированной водой и насухо вытирают чистой мягкой тряпочкой или фильтровальной бумагой.

По окончании работы призмы рефрактометра промывают дистиллированной водой и насухо вытирают чистой мягкой тряпочкой или фильтровальной бумагой.

2) Универсальный рефрактометр

Рефрактометр состоит из следующих частей (рис. 23): двух призм *A* и *B*, вращаемых на горизонтальной оси алидадой *J*; зрительной трубки *F* для наблюдения границы светлого и темного поля зрения; винта *M*, соединенного с особым компенсатором *Z* (призма Амичи), позволяющим работать с обычным белым светом и уничтожающим хроматическое светорассеяние (радужная расплывчатость) между светом и тенью. Винт *T* передвигает алидаду *J* и, изменяя угол расположения призм по отношению к зрительной трубе, перемещает неподвижно укрепленную с ним лупу *L*. Это дает возможность производить отсчет цифр, нанесенных на секторе *S*, показывающих

коэффициент преломления
Испытуемому
кость помеща
ду призмами
ливая указате
ды на числе
кало *R* напр
ким образ
полностью
видимое пол
ваются наиб
видимости
нитей в о
Вращением
ремещают а
тех пор, по
светлого и
ля не совп
кой пересе
Уничтожен
полосы
компенсато
Отсчет
рефрактоме
водят при
ратура наб
термометру
По най
фициенту
пользуясь
ределяют
Опреде
Кoeffици-
ент пре-
ломле-
ния
1,3380
81
82
83
84
85
86
87
88
89

коэффициент преломления. Винтом устанавливают рефрактометр наклонно.

Испытуемую жидкость помещают между призмами, устанавливая указатель алидады на числе 1,33. Зеркало *R* направляют таким образом, чтобы полностью освещалось видимое поле, и добиваются наиболее резкой видимости пересечения нитей в окуляре *Ос*. Вращением винта *T* перемещают алидаду до тех пор, пока граница светлого и темного поля не совпадет с точкой пересечения нитей. Уничтожение цветной полосы достигается компенсатором *Z*.

Отсчет показаний в рефрактометре производят при $17,5^\circ$, температура наблюдается по термометру *T*.

По найденному коэффициенту преломления, пользуясь табл. 2, определяют процентное содержание молочного сахара.

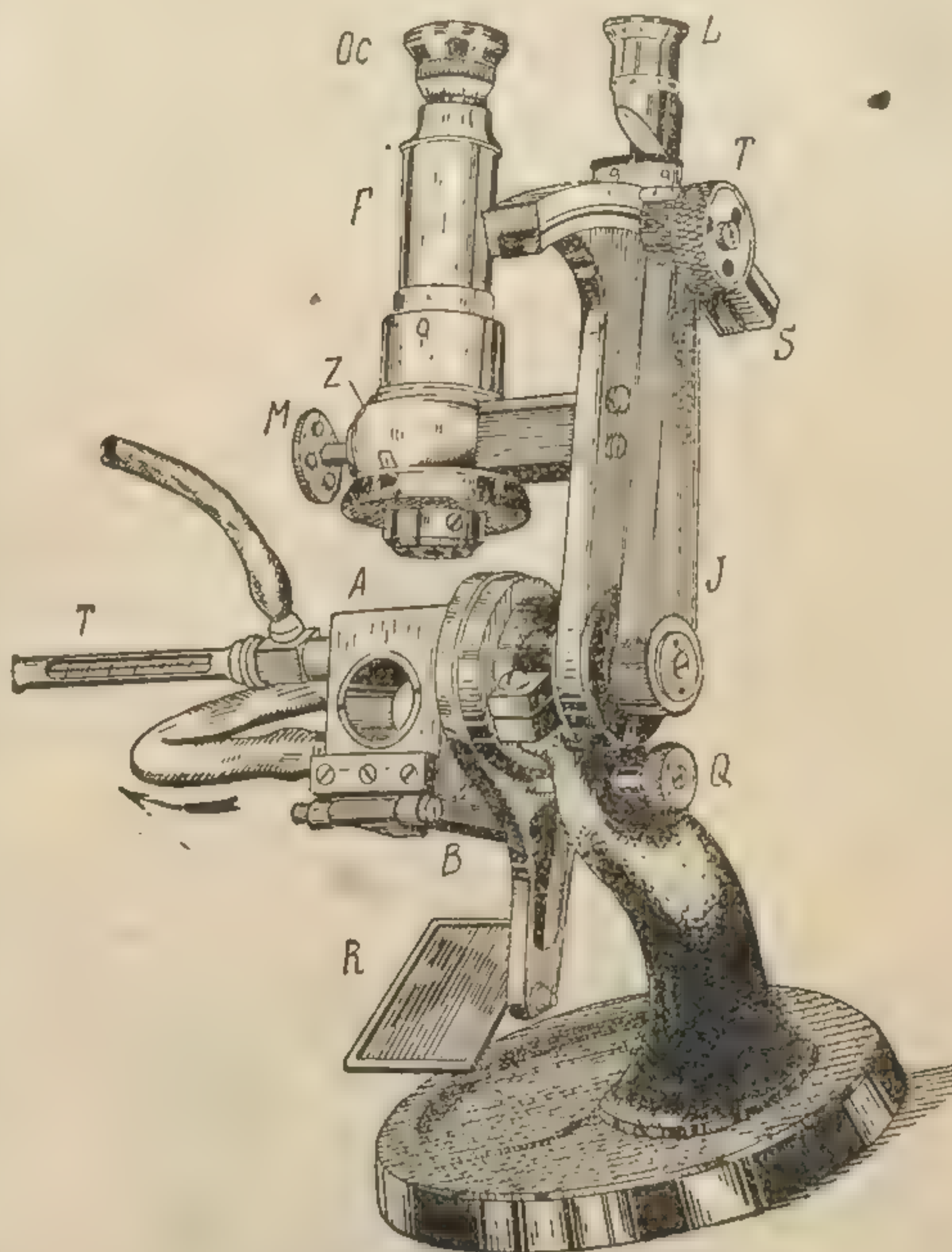


Рис. 23. Универсальный рефрактометр

Таблица 2

Определение молочного сахара (в %) по коэффициенту преломления

Коэффициент преломления	Молочный сахар	Коэффициент преломления	Молочный сахар	Коэффициент преломления	Молочный сахар	Коэффициент преломления	Молочный сахар
1,3380	3,37	1,3390	3,88	1,3400	4,39	1,3410	4,85
81	3,42	91	3,93	01	4,44	11	4,90
82	3,47	92	3,98	02	4,49	12	4,95
83	3,52	93	4,03	03	4,52	13	5,00
84	3,57	94	4,08	04	4,56	14	5,05
85	3,62	95	4,13	05	4,60	15	5,10
86	3,68	96	4,19	06	4,65	16	5,15
87	3,73	97	4,24	07	4,70	17	5,20
88	3,78	98	4,29	08	4,75	18	5,25
89	3,83	99	4,34	09	4,80	19	5,30

3) Специальный рефрактометр

Для определения молочного сахара изготавливают также специальный рефрактометр (рис. 24). Он состоит из трубки со шкалой и окуляром и двух прямоугольных стеклянных призм А и В, помещенных внутри металлической оправы и укрепленных на шарнире.

При определении процентного содержания молочного сахара в этом рефрактометре помещают несколько капель молочной сыво-

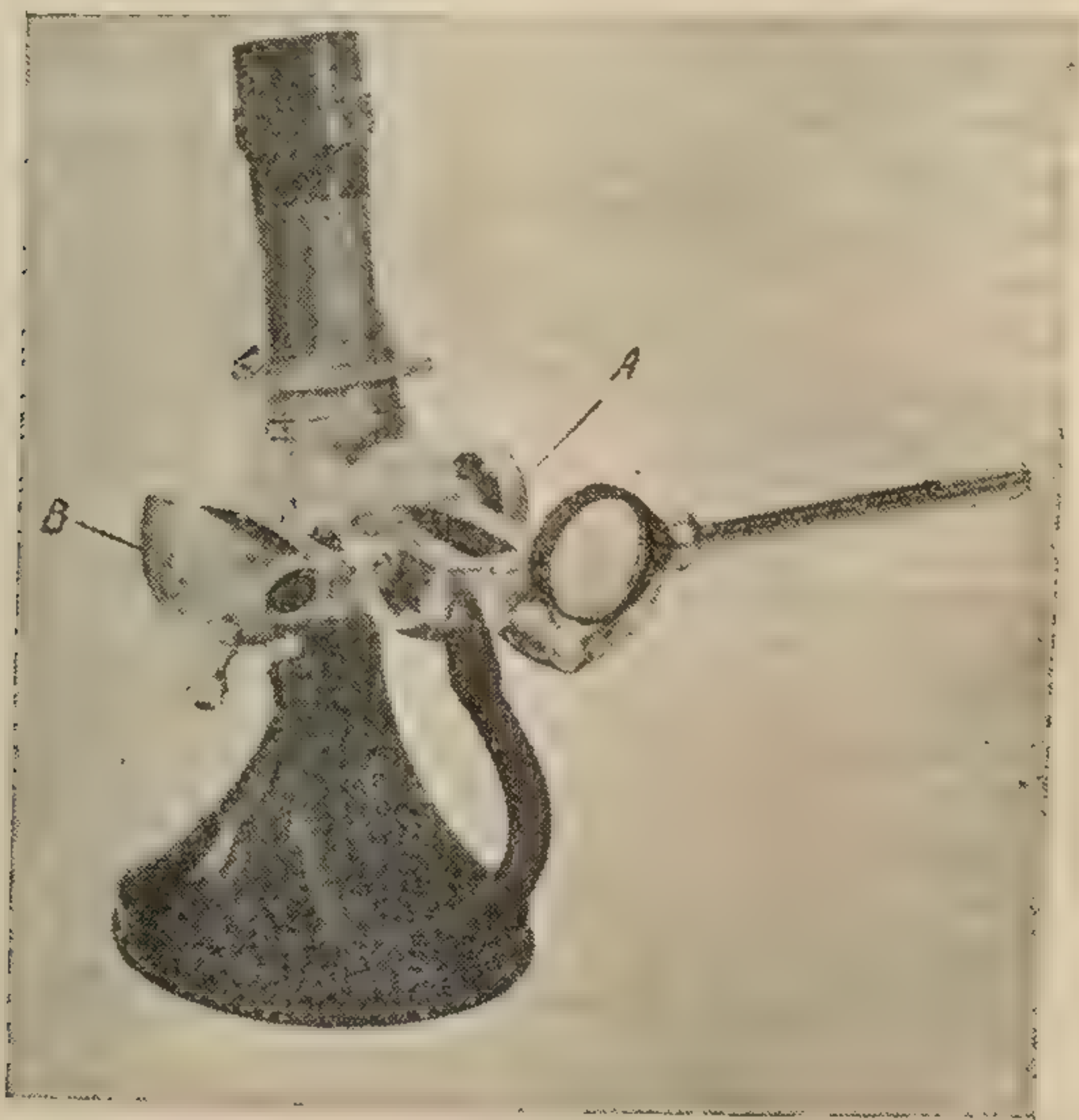


Рис. 24. Специальный рефрактометр

ротки в узкий просвет между призмами рефрактометра, откинув для этого верхнюю призму. Затем, быстро закрыв призмы, находят на шкале цифру на границе освещенной и затемненной частей поля зрения рефрактометра.

Определение ведут при $17,5^\circ$, для чего пропускают через прибор воду при этой температуре. По сделанному отсчету числа рефракции, пользуясь табл. 3, находят процентное содержание лактозы в молоке.

Таблица 3

Рефрактометрическое определение молочного сахара
(в % по отсчету шкалы рефрактометра)

Деление шкалы	Молочный сахар	Деление шкалы	Молочный сахар	Деление шкалы	Молочный сахар	Деление шкалы	Молочный сахар	Деление шкалы	Молочный сахар
4,9	2,70	6,2	3,36	7,4	3,98	8,7	4,64	9,9	5,25
5,0	2,75	3	3,42	5	4,03	8	4,69	10,0	5,30
1	2,80	4	3,47	6	4,08	9	4,74	1	5,35
2	2,85	5	3,52	7	4,13	9,0	4,79	2	5,40
3	2,91	6	3,57	8	4,18	1	4,84	3	5,45
4	2,96	7	3,62	9	4,23	2	4,89	4	5,50
5	3,01	8	3,67	8,0	4,28	3	4,95	5	5,55
6	3,06	9	3,72	1	4,33	4	5,00	6	5,60
7	3,11	7,0	3,77	2	4,38	5	5,05	7	5,65
8	3,16	1	3,82	3	4,44	6	5,10	8	5,70
9	3,21	2	3,87	4	4,49	7	5,15	9	5,75
6,0	3,26	3	3,93	5	4,54	8	5,20		
1	3,31			6	4,59				

Проверка рефрактометров. Время от времени необходимо проверять показания рефрактометров.

В рефрактометре производства Киевского завода для этого между призмами помещают несколько капель дистиллированной воды; тогда при температуре в 20° линия раздела (между освещенным и темным полями) должна пройти через 0° правой шкалы и через деление 1,333 — левой шкалы. Если этого нет, то производят установку шкалы на нуль. Это делается следующим образом: отводят окуляр к нижней части шкалы *Sk* и вывинчивают гайку *A*, имеющуюся наверху корпуса. В отверстие вводят прилагаемый к рефрактометру ключ и надевают его на четырехгранную головку винта, находящегося внутри корпуса; откинув верхнюю призму, наносят каплю дистиллированной воды и призму опускают; направляют луч света в верхнее отверстие; нижнее отверстие закрывают заслонкой и компенсатором устанавливают резкую границу света и тени.

Наблюдают показания рефрактометра и, поворачивая ключ, подводят границу тени так, чтобы она проходила через указатель и нулевое деление.

При проверке универсального рефрактометра измеряют коэффициент преломления специально прилагаемой к рефрактометру пластинкой. Для этого пластинку *P* с небольшим количеством монобромнафталена накладывают на верхнюю призму (рис. 25), после чего производят отсчет коэффициента преломления.

Эту операцию проделывают несколько раз и из всех отсчетов выводят среднюю величину, которая сравнивается с приведенным значением на пластинке.

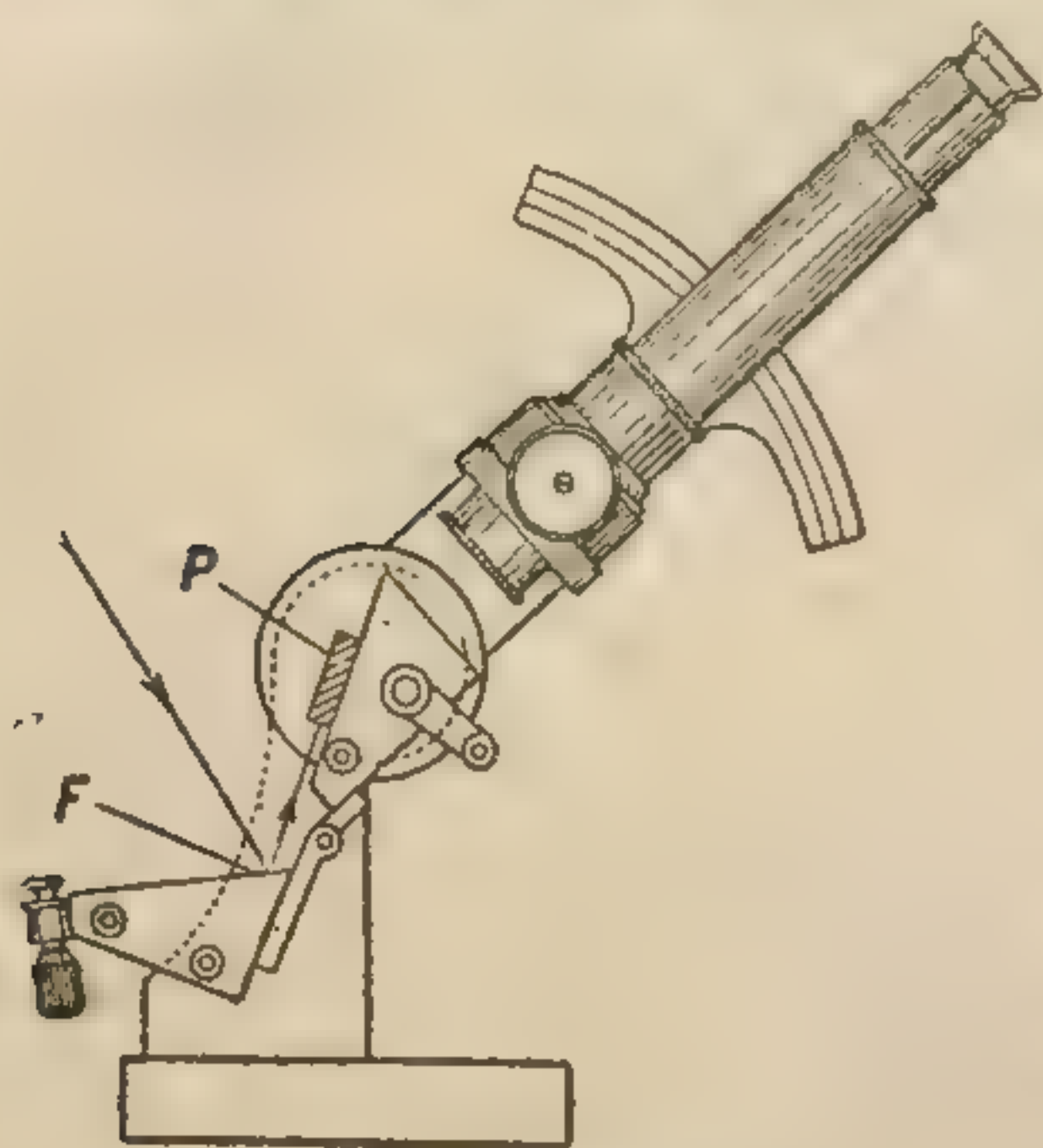


Рис. 25. Проверка рефрактометра

Если расхождение не более чем на 0,0002 единицы, то рефрактометр правилен.

В противном случае рефрактометр юстируют следующим образом: устанавливают указатель алидады рефрактометра точно на величину коэффициента преломления поправочной пластинки, затем специальным ключом вращают контрольный винт (внутри прибора с передней стороны тубуса зрительной трубки), пока граница линии темной полосы не совпадает с точкой пересечения нитей. Проверочная пластинка должна при этом быть наложена. После этого прибор еще несколько раз проверяют.

Сущность метода. Рефрактометрия — определение показателя преломления, а число рефракции — условное число, показывающее величину преломления в единицах шкалы данного рефрактометра.

Луч света, проходя через различные среды, отклоняется от своего прямолинейного пути на больший или меньший угол в зависимости от свойств сред, через которые он проходит.

Это отклонение измеряется углом, образуемым направлением луча и перпендикуляром, восстановленным к плоскости, разделяющей эти среды на месте вхождения луча в среду. При выходе луча AB (рис. 26) из стекла в воздух (в среду менее плотную) угол преломления β будет больше угла падения α .

При увеличении угла падения может наступить такой момент, когда угол преломления сделается больше прямого угла и луч (A_2B_2) не войдет во вторую среду, а полностью отразится на грани

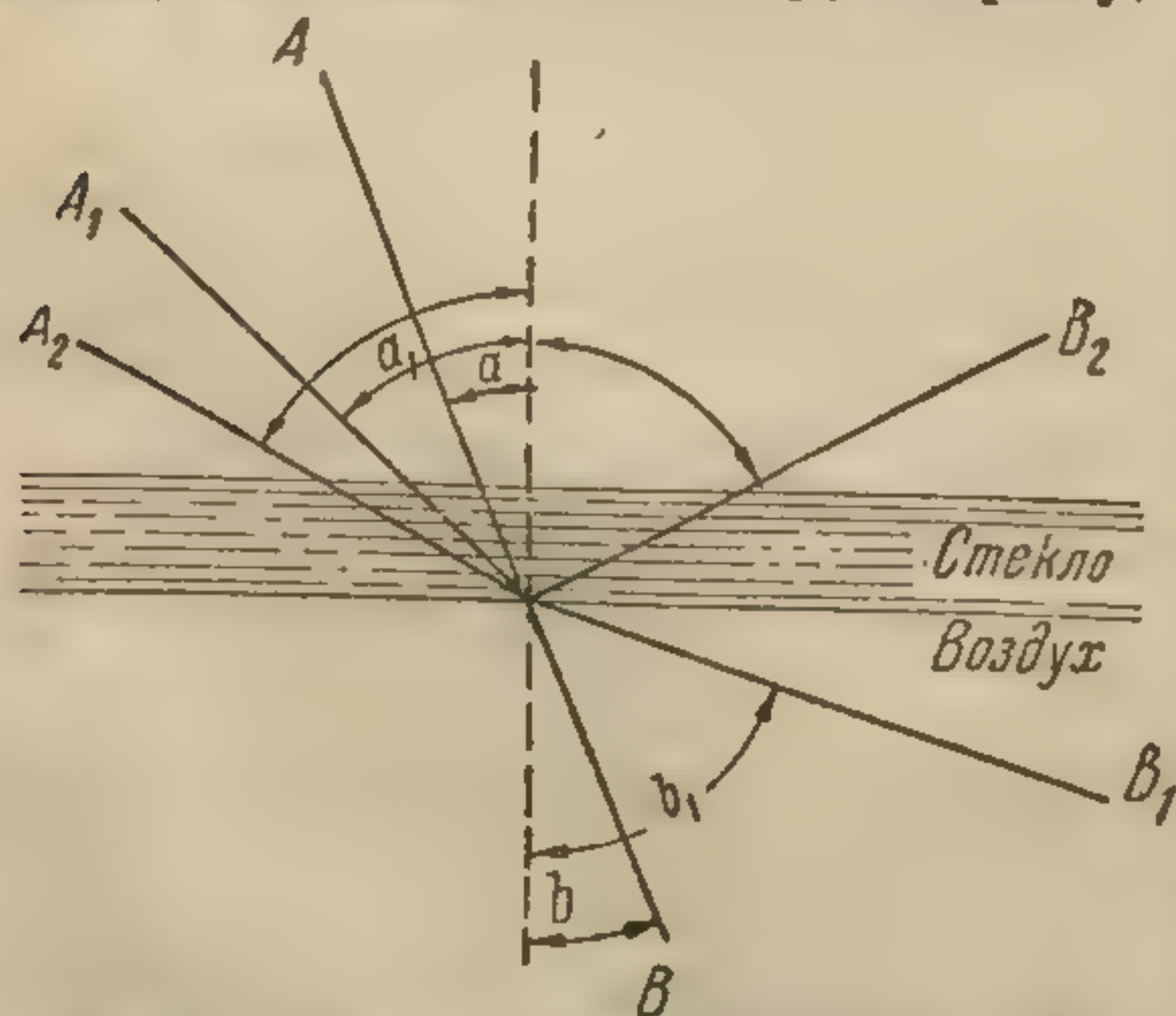


Рис. 26. Преломление луча на границе сред стекло-воздух

сред. Подобное явление называется полным внутренним отражением. Величина угла падающего луча, испытывающего полное внутреннее отражение, изменяется в зависимости от показателя преломления той среды, куда он входит. Если взять два стекла, наложить их неплотно одно на другое и пропустить через них пучек света, то лучи AB , A_1B_1 пройдут слой воздуха между стеклами (рис. 27) и войдут в нижнее стекло; начиная же с некоторого направления луча (лучи A_2B_2), ко-

гда угол преломления делается больше 90° , лучи не попадут в воздушный слой, а полностью отразятся от грани сред стекло-воздух.

Если воздушное пространство между стеклами наполнить какой-нибудь жидкостью (например раствором сахара), имеющей показате-

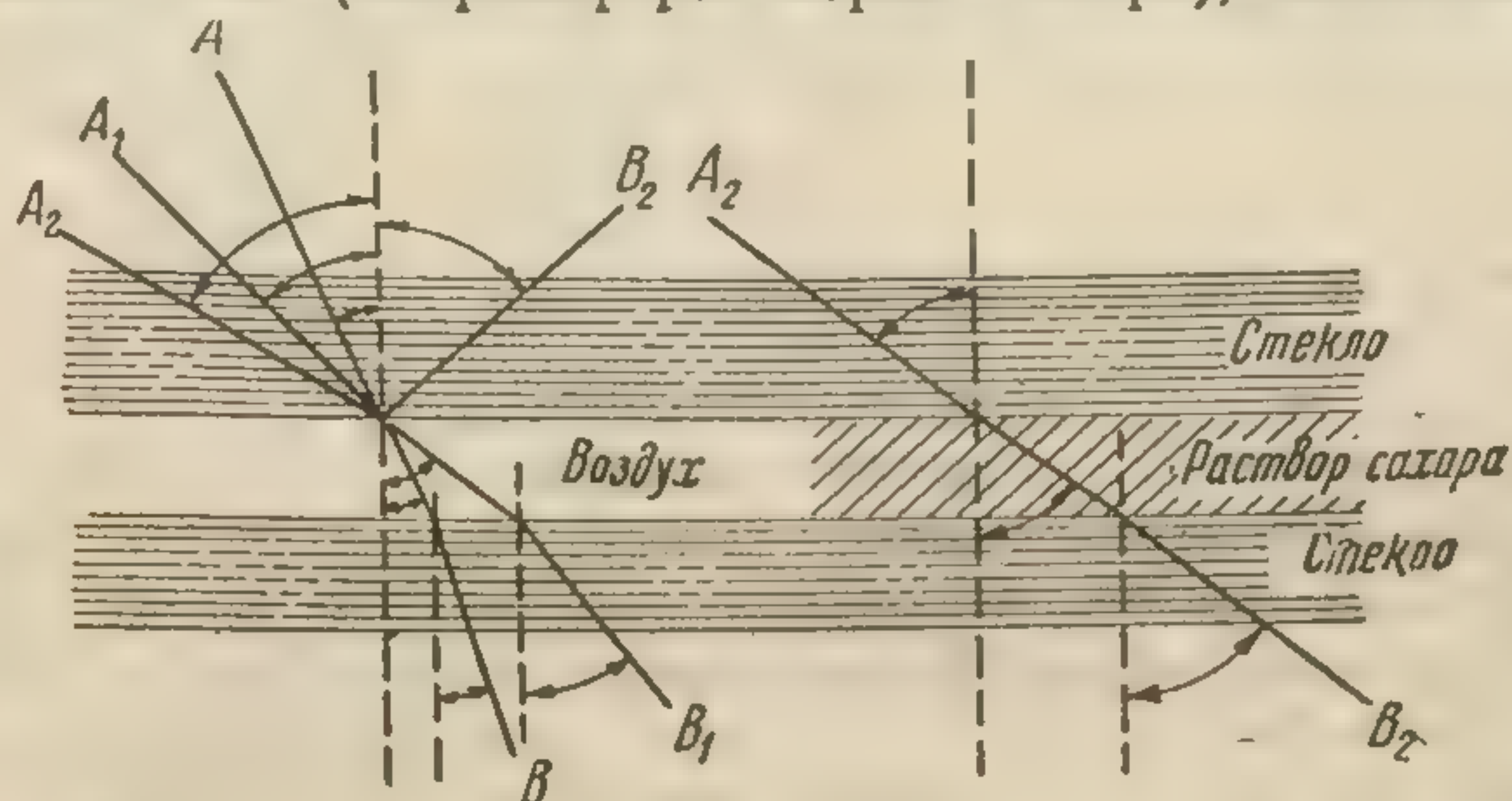


Рис. 27. Преломление луча на границе сред стекло-воздух-стекло и стекло-раствор сахара-стекло.

тель преломления больший, чем воздух, то луч A_2B_2 при том же угле падения уже не претерпевает полного внутреннего отражения, а входит в эту жидкость и отсюда попадает во вторую среду из стекла под большим или меньшим углом, в зависимости от преломляющей способности жидкости.

На этом принципе и построены рефрактометры. Схема хода лучей в универсальном рефрактометре представлена на рис. 28.

Наиболее существенную часть рефрактометра составляют две прямоугольные стеклянные призмы B_1 и B внутри металлической оправы, имеющей между своими сторонами узкое пространство (0,15 мм), заполняемое испытуемой жидкостью. Луч света A проходит через нижнюю призму, претерпевает полное внутреннее отражение на грани стекло-воздух. Если пространство между призмами наполнить испытуемым раствором, то благодаря большему показателю преломления раствора, чем воздуха, часть лучей пройдет через раствор и попадет в верхнюю призму.

Положение границы освещенной и темной части поля зрения позволят судить о величине показателя преломления исследуемого раствора.

Для фиксации границы между освещенной и темной частями поля зрения в фокусе окуляра зрительной трубы рефрактометра помещается шкала, разделенная на части, на которой и отсчитывают показатели, где проходит эта граница (рефрактометр специаль-

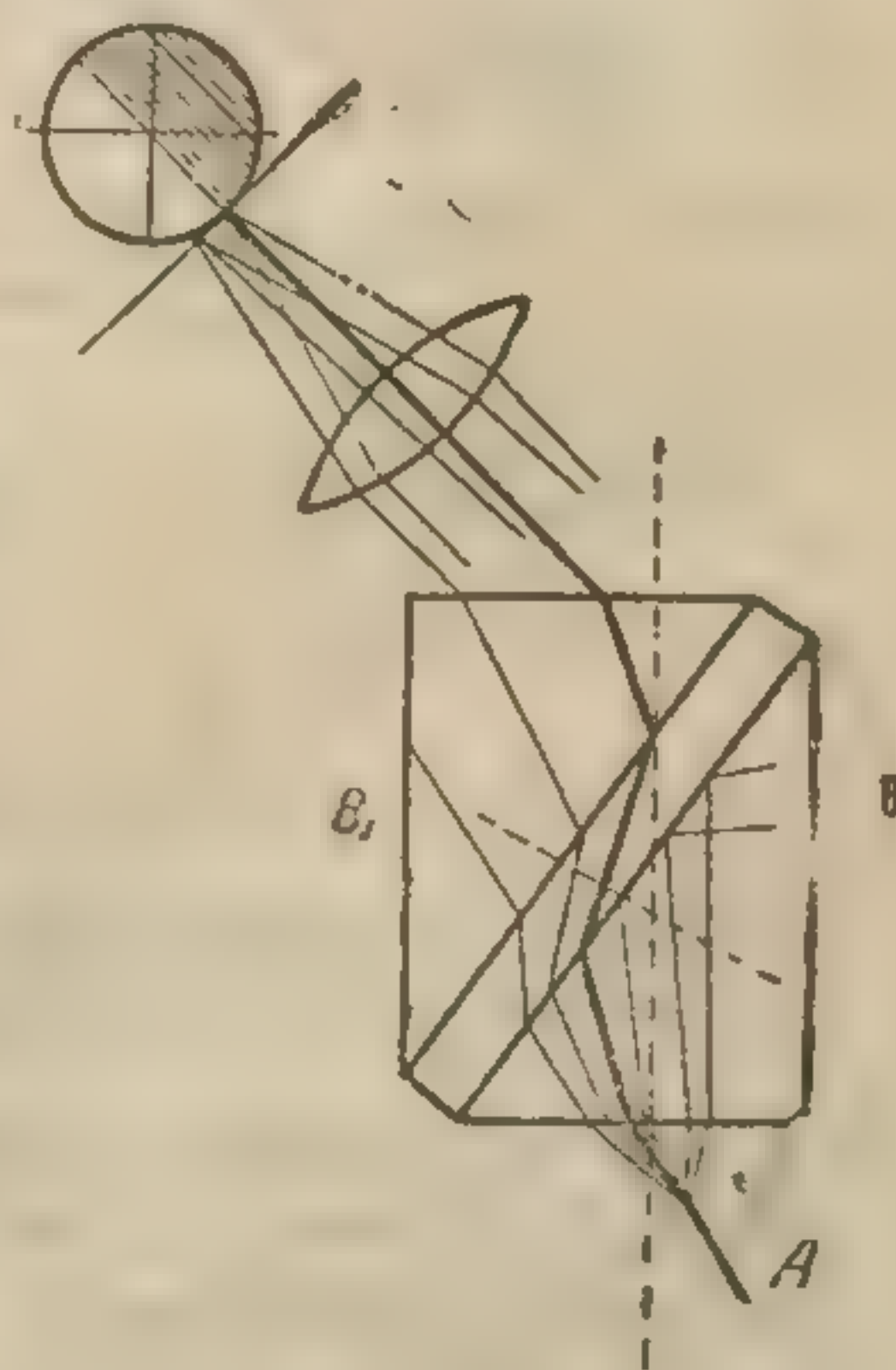


Рис. 28. Схема хода лучей в рефрактометре

ный, Лева). В универсальном рефрактометре соответствующим наклоном призм подводят границу освещенного поля к пересечению нитей, учитывая наклон призм на специальном секторе, на котором нанесены величины показателей преломления.

Показатели преломления различны при разных температурах, поэтому отсчет всегда производят при известной температуре. Для этой цели стеклянные призмы рефрактометра нагревают до нужной температуры теплой водой, пропускаемой через камеры в металлических оправах призм рефрактометра.

б) Химические методы

1) Объемный метод

На техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают около 25 г молока, переносят его в мерную колбу на 500 мл, прибавляют 300 мл воды, затем 10 мл раствора медного купороса (реактив 15—1-я жидкость Фелинга), 4 мл 1,0 N раствора NaOH, 5 мл 5%-ного раствора фтористого натрия. Жидкость взбалтывают, доводят температуру до 20°, доливают водой до метки и, снова переболтав, оставляют стоять на 30 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. 100 мл фильтрата переносят (пипеткой) в коническую колбу емкостью 250—300 мл, прибавляют по 25 мл 1-го и 2-го растворов

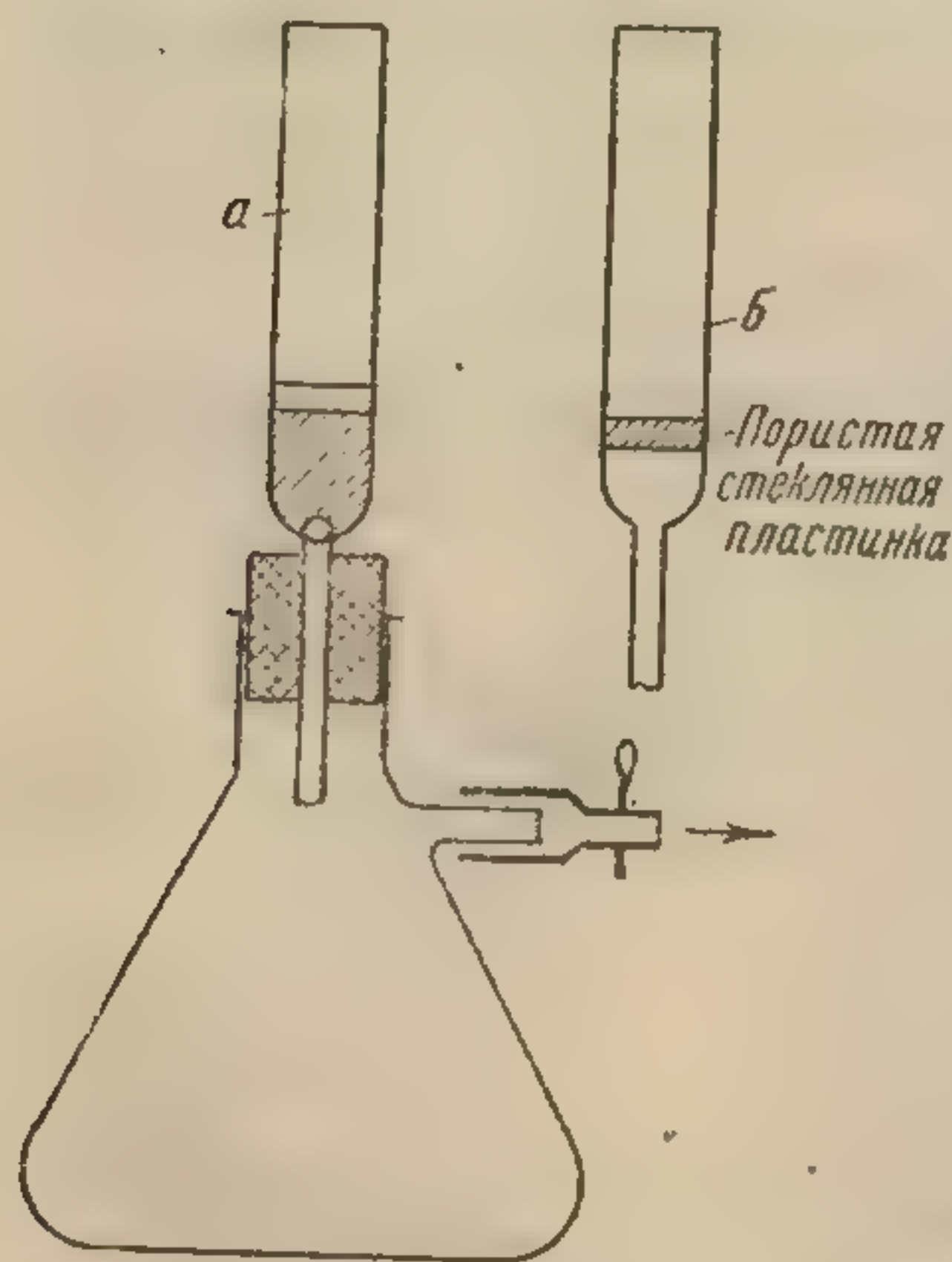


Рис. 29. а—трубка фильтр;
б—стеклянный фильтр

жидкости Фелинга (реактив 15) и кипятят на проволоочной сетке ровно 6 мин., считая с момента закипания жидкости. В результате в жидкости выпадает красный осадок закиси меди.

Жидкость тотчас же фильтруют через трубку фильтр (приготовление см. стр. 289) или стеклянный фильтр № 4 (рис. 29) при слабом отсасывании, старясь не переносить на фильтр осадок.

Фильтрование можно вести и через обыкновенный бумажный фильтр. При пользовании бумажными фильтрами диаметром 11—12 см их закладывают по четыре один на другой в стеклянную воронку соответствующего диаметра и заливают доверху горячей водой при температуре 80—90° (при тонкой пористой бумаге в воронку закладывают до пяти фильтров). Во время стекания че-

рез фильтр горячей воды воронки должны быть сверху закрыты стеклом. Заливку горячей водой повторяют 3—4 раза. Осадок закиси меди промывают в колбе несколько раз декантацией горячей дистиллированной водой, пропуская жидкость через тот же фильтр.

После этого фильтрат и промывные воды удаляют и под фильтр подставляют новую чистую колбу для отсасывания.

В колбу для растворения осадка закиси меди приливают около 40—50 мл кислого раствора сернокислого железа (реактив 17) или 40—50 мл кислого раствора железо-аммиачных квасцов (реактив 18). Раствор небольшими порциями фильтруют с отсасыванием, осторожно помешивая его стеклянной палочкой для растворения попавшего на фильтр осадка закиси меди. По окончании стекания последних капель раствора железо-аммиачных квасцов колбу и фильтр промывают небольшими порциями горячей воды, давая стекать промывным водам в ту же колбу с фильтратом. Потом раствор титруют непосредственно в приемной колбе для отсасывания раствором марганцевокислого калия (реактив 19) до слабозеленой окраски.

По числу миллилитров раствора марганцевокислого калия, израсходованного на титрование, находят количество миллиграммов меди, восстановленной 100 мл фильтрата (что приблизительно соответствует 5 г молока) по формуле:

$$M = A \cdot K,$$

где: M — мг меди,

A — количество мл раствора KMnO_4 , затраченного на титрование,

K — титр KMnO_4 в мг меди.

Для перечисления найденного количества меди на молочный сахар пользуются табл. 4.

Процентное содержание молочного сахара в исследуемом молоке вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_1 \cdot 100}{A},$$

где: C — процентное содержание молочного сахара,

C_1 — количество молочного сахара (в г), найденное по табл. 4,

A — навеска продукта, отвечающая $\frac{1}{5}$ части всей взятой для анализа навески молока.

Таблица 4

Перечисление количества меди (в мг) на соответствующее количество молочного сахара (в мг)

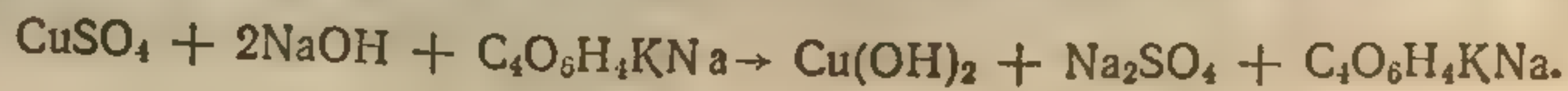
Медь	Молочный сахар	Медь	Молочный сахар	Медь	Молочный сахар	Медь	Молочный сахар
100	71,6	108	77,6	116	83,5	124	89,4
101	72,4	109	78,3	117	84,2	125	90,1
102	73,1	110	79,0	118	85,0	126	90,9
103	73,8	111	79,8	119	85,7	127	91,6
104	74,6	112	80,5	120	86,4	128	92,4
105	75,3	113	81,3	121	87,2	129	93,1
106	76,1	114	82,0	122	87,9	130	93,8
107	76,8	115	82,7	123	88,8	131	94,6

Продолж. табл. 4.

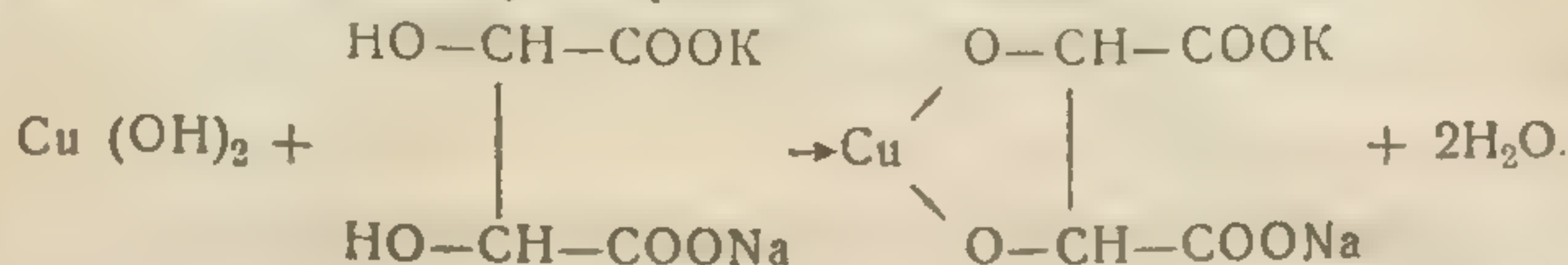
Медь	Молоч- ный сахар	Медь	Молоч- ный сахар	Медь	Молоч- ный сахар	Медь	Молоч- ный сахар
132	95,3	164	119,4	196	143,8	228	167,9
133	96,1	165	120,2	197	144,6	229	168,9
134	96,9	166	120,9	198	146,4	230	169,4
135	97,6	167	121,7	199	146,2	231	170,1
136	98,3	168	122,4	200	146,9	232	170,9
137	99,1	169	123,2	201	147,7	233	171,6
138	99,8	170	123,9	202	148,8	234	172,4
139	100,5	171	124,7	203	149,2	235	173,1
140	101,3	172	125,5	204	149,9	236	173,9
141	102,1	173	126,2	205	150,7	237	174,7
142	102,8	174	127,0	206	151,4	238	175,4
143	103,6	175	127,8	207	152,2	239	176,2
144	104,3	176	128,6	208	152,9	240	176,9
145	105,1	177	129,3	209	153,7	241	177,7
146	105,8	178	130,1	210	154,4	242	178,5
147	106,6	179	130,9	211	155,2	243	179,3
148	107,8	180	131,6	212	155,9	244	180,1
149	108,1	181	132,4	213	156,7	245	180,9
150	108,8	182	133,1	214	157,4	246	181,6
151	109,6	183	133,9	215	158,2	247	182,4
152	110,4	184	134,7	216	158,9	248	183,2
153	111,1	185	135,4	217	159,7	249	184,0
154	111,9	186	136,2	218	160,2	250	184,8
155	112,6	187	136,9	219	161,9	251	185,6
156	113,4	188	137,7	220	161,7	252	186,3
157	114,1	189	138,5	221	162,4	253	187,1
158	114,9	190	139,2	222	163,2	254	187,8
159	115,6	191	140,0	223	164,9	255	188,7
160	116,4	192	140,8	224	163,7	256	189,4
161	117,2	193	141,5	225	165,6	257	190,2
162	117,9	194	142,3	226	166,4	258	191,0
163	118,7	195	143,1	227	167,1	259	191,8
						260	192,6

Сущность объемного метода. Молочный сахар в щелочном растворе сернокислой меди (жидкость Фелинга) окисляется, восстанавливая сернокислую окись меди в закись меди. Количество закиси меди определяют окислением ее сернокислой окисью железа в присутствии серной кислоты. При этом эквивалентное количество окисной соли железа переходит в закисную соль. По количеству закисной соли железа определяют количество меди, а отсюда количество молочного сахара. Происходящие при этом реакции можно представить в следующем виде:

При смешении 1 и 2 растворов Фелинга происходит реакция между CuSO_4 и NaOH :

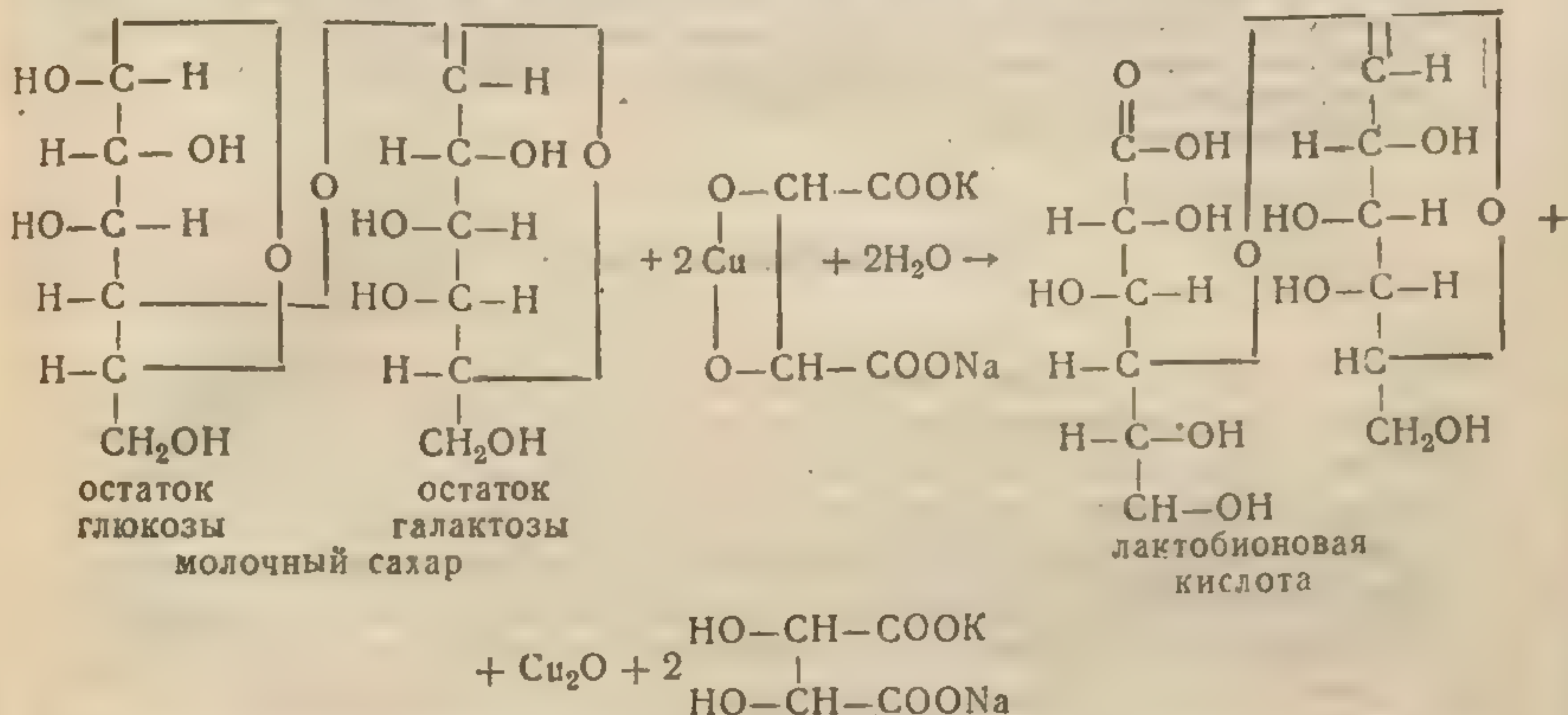


Выделившийся гидрат окиси меди в присутствии NaOH вступает в реакцию с сегнетовой солью, давая растворимое соединение:

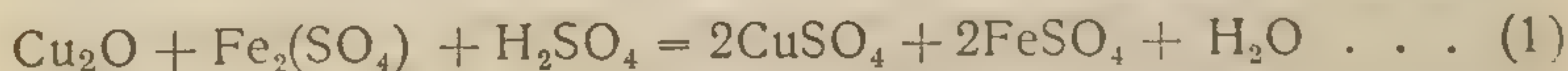


По Думанскому [8] гидрат окиси меди в присутствии NaOH и сегнетовой соли дает не растворимое соединение, а коллоидный раствор, в котором растворение $\text{Cu}(\text{OH})_2$ подчинено правилам пептизации.

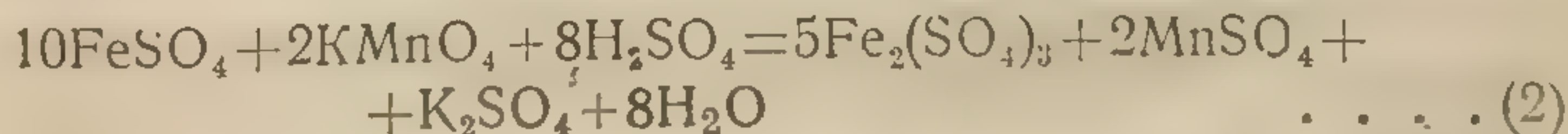
Молочный сахар при кипячении с Фелинговой жидкостью окисляется в лактобионовую кислоту, восстанавливая окисную медь до закиси меди.



Выпавшую в осадок закись меди окисляют при помощи $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ в CuSO_4 , а $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ восстанавливается до FeSO_4 :



Так же идет реакция, когда вместо $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ берут $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$. Соль закиси железа окисляют KMnO_4 обратно в окисную форму железа:



Из формулы (2) видно, что 10FeSO_4 вступают в реакцию с 2KMnO_4 ; с другой стороны, из уравнения (1) следует, что 2Fe соответствует 2Cu , откуда 10Cu отвечает 2KMnO_4 .

Если навеска KMnO_4 в 1 л воды была равна 4,98 г, то в 1 мл такого раствора находится 0,00498 г KMnO_4 .

2KMnO_4 отвечают 10 Cu,

$$2 \cdot 158,05 \text{ KMnO}_4 - 10 \cdot 63,57 \text{ Cu},$$

$$\text{откуда } 0,00498 \text{ KMnO}_4 \text{ отвечают } \frac{10 \cdot 63,57 \cdot 0,00498}{2 \cdot 158,07} = 0,010 \text{ г Cu}.$$

Таким образом, 1 мл приготовленного раствора KMnO_4 эквивалентен 0,0100 г или 10,0 мг Cu.

Умножая количество миллилитров KMnO_4 , пошедшее на титрование, на 10,0, находят количество миллиграммов меди, соответствующее молочному сахару.

Перечисление найденного количества Cu_2O на молочный сахар осуществляют, пользуясь специальной таблицей (стр. 51).

Реакция между фелинговой жидкостью и сахаром не протекает в стехиометрических отношениях, и таблица составлена на основании опытных данных в определенных условиях. Поэтому при определении молочного сахара необходимо придерживаться точной рецептуры приготовления реактивов и соблюдения всех условий, указанных в методике определения.

Точность метода $\pm 0,025\%$.

2) Иодометрический метод

На техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают 10 г молока, переносят его в мерную колбу на 500 мл, прибавляют 300 мл воды, затем 10 мл раствора медного купороса (раствор 1-й жидкости Фелинга, реактив 15), 4 мл 1,0 N раствора NaOH , 5 мл 5%-ного раствора фтористого натрия. Жидкость перемешивают, доводят температуру до 20° , доливают водой до метки и, перемешав, оставляют стоять 30 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют в колбу через простой фильтр, стараясь не захватывать осадка.

25 мл фильтрата отмеривают (пипеткой) в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 250—300 мл и сразу прибавляют из бюретки 25 мл 0,1 N раствора иода (реактив 20), 1 каплю 0,1%-ного раствора метилоранжа и при непрерывном перемешивании 37,5 мл 0,1 N раствора NaOH (свободного от спирта). Закрыв колбу притертой пробкой, оставляют стоять в темном месте 20 мин., после чего прибавляют 8 мл 0,5 N раствора HCl и титруют выделившийся иод 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (реактив 21) в присутствии 1%-ного раствора крахмала (реактив 22).

В конце титрования от одной капли синий цвет раствора резко переходит в бледнорозовый, обусловленный присутствием метилоранжа.

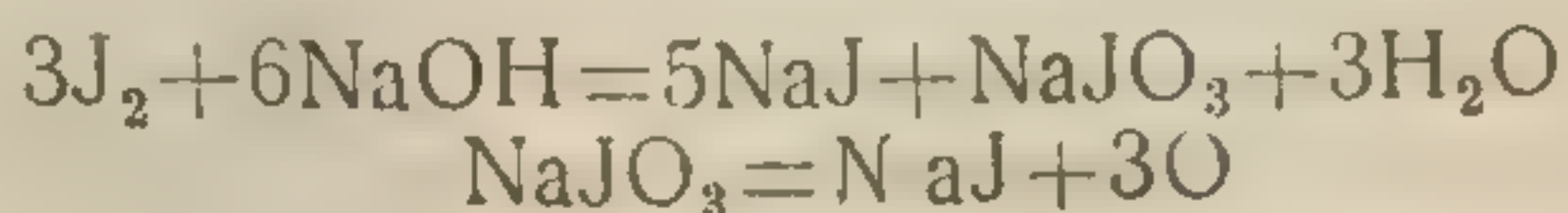
Количество миллилитров $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, затраченных на титрование выделившегося I, умноженное на 18,01 дает количество молочного сахара в миллиграммах в 25 мл фильтрата (соответствует 0,5 г молока).

Процентное содержание молочного сахара находят по формуле:

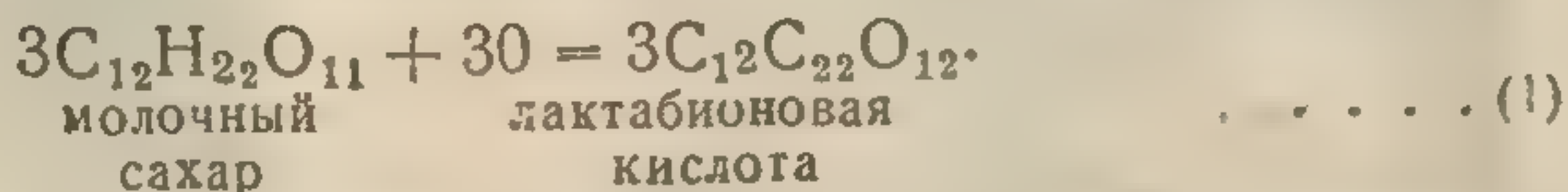
$$M = \frac{a \cdot 100 \cdot 0,99}{b},$$

где: M — процентное содержание молочного сахара,
 a — найденное количество молочного сахара (в мг) в 25 мл
 фильтрата,
 b — навеска молока (в мг), соответствующая 25 мл филь-
 трата (0,5 г молока),
 0,99 — коэффициент поправки на осадок.

Сущность иодометрического метода. Сущность метода за-
 ключается во взаимодействии между альдегидной группой сахара и иодом в ще-
 лочной среде, в которой иод является окислителем:

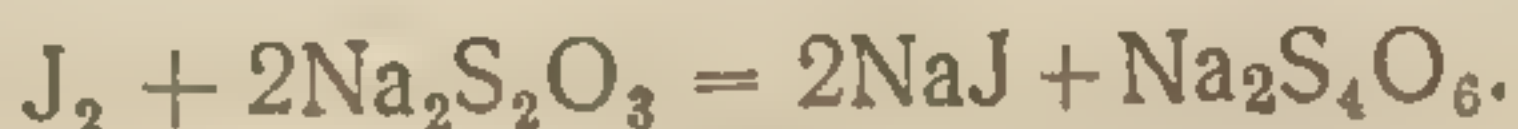


Выделившийся атомарный кислород окисляет альдегидную груп-
 пу молочного сахара, переводя его в лактобионовую кислоту:



В результате этих реакций количество иода в растворе умень-
 шается.

Непрореагировавший иод определяют титрованием 0,1 N раство-
 ром $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



Молочный сахар, имея одну альдегидную группу при переходе
 в лактабионовую кислоту присоединяет 1 атом кислорода, что экви-
 валентно двум атомам J (уравнение 1), или 1 мл 0,1 N раствора J
 окисляет 18,01 мг молочного сахара, при молекулярном весе послед-
 него 360,2.

Точность метода $\pm 0,02\%$.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

Во взвешенную платиновую или маленькую фарфоровую чашку,
 годную для прокаливания, отвешивают на техно-химических весах
 с точностью до 0,01 г около 25 г молока и выпаривают досуха на
 водяной бане. Можно вместо чашки брать платиновый или фарфо-
 ровый тигель емкостью 15—20 мл. В таком случае молоко отвешива-
 ют в стаканчике с притертой крышкой (бюксе) и подливают молоко
 в тигель отдельными порциями, по мере испарения. Вес вылитого
 молока определяют по разности весов наполненного и опорожненно-
 го стаканчика.

Высушенное молоко в тигле или чашке осторожно сжигают на слабом огне до полного обугливания и выщелачивают несколько раз теплой водой, каждый раз сливая жидкость через фильтр в небольшую колбочку. После выщелачивания фильтр промывают дистиллированной водой, переносят в тигель или чашку с выщелоченным углем, высушивают содержимое досуха на кипящей водяной бане, после чего тигель или чашку прокаливают на сильном огне до полного озоления. Лучше для озоления пользоваться муфельной печью (рис. 30). В охлажденный тигель или чашку выливают из колбочки полученный раствор солей, ополаскивают колбочку 2—3 раза небольшим количеством воды и также выливают в тигель и выпаривают на водяной бане.

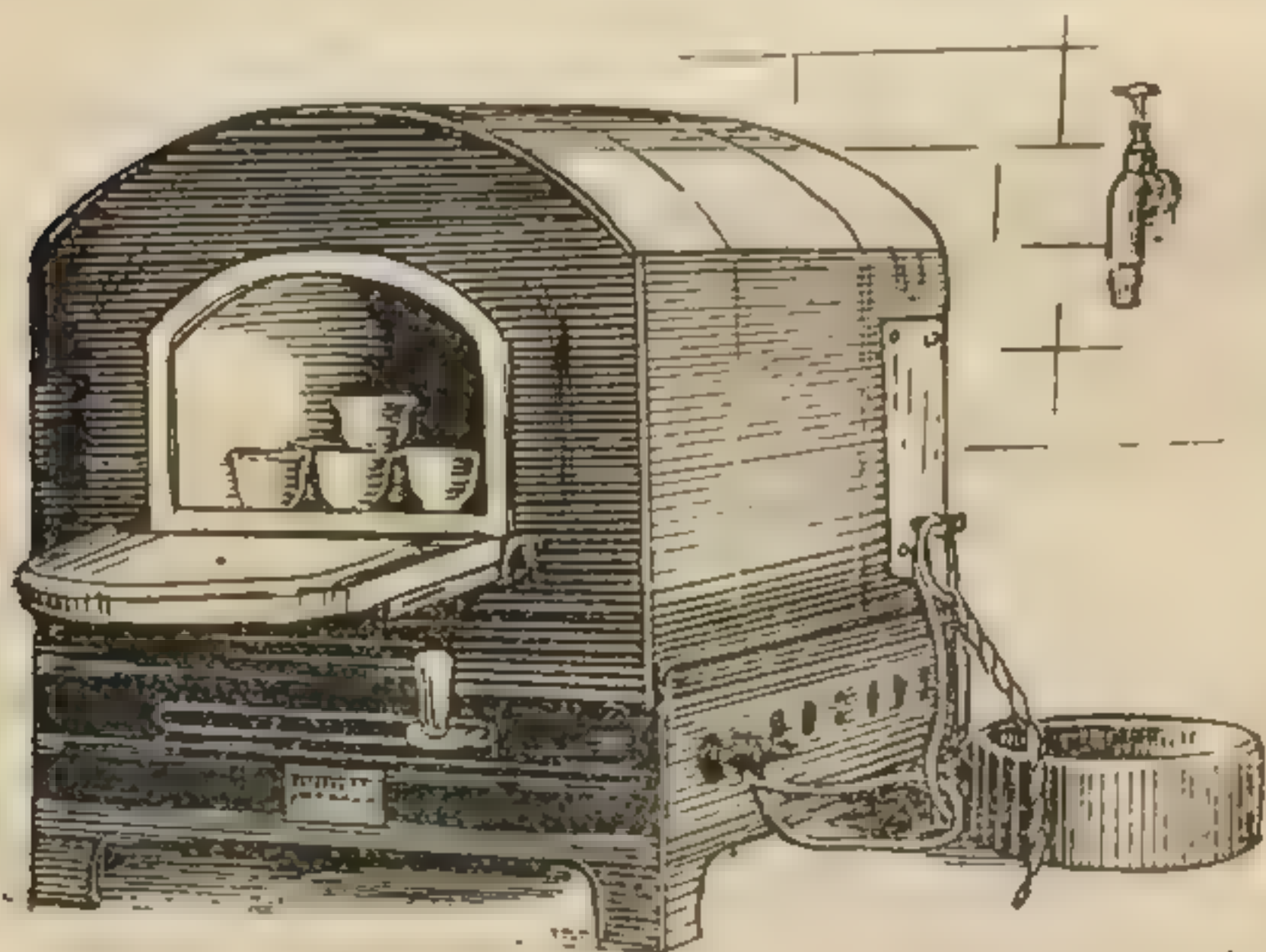


Рис. 30. Муфельная печь для сжигания

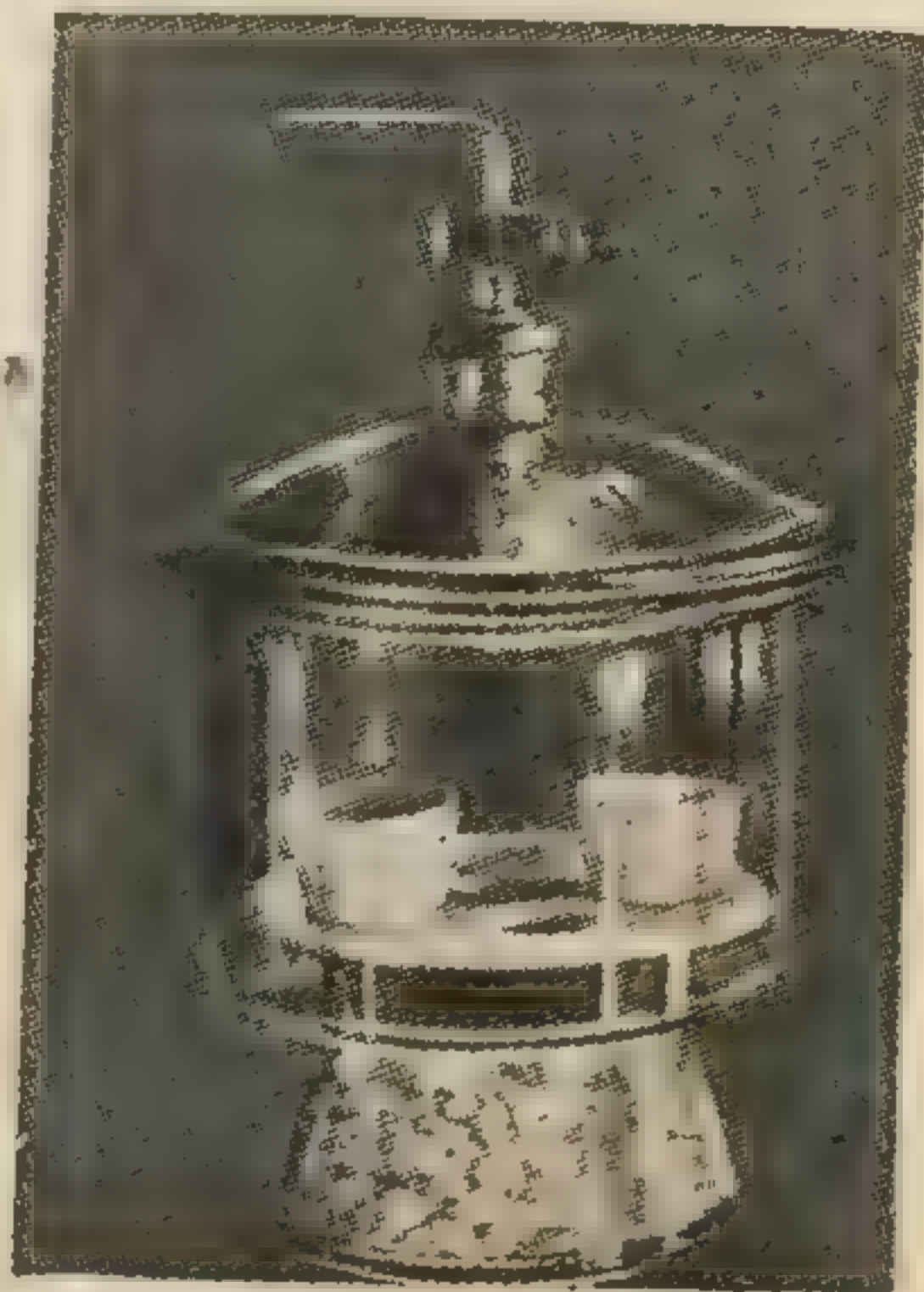


Рис. 31. Эксикатор с тиглями

Остаток слегка прокаливают (при слабом красном калении), тигель или чашку ставят в эксикатор для охлаждения (рис. 31), после чего взвешивают. Зная вес чашки или тигля, находят вес золы по формуле:

$$x = \frac{a_1 - a}{b} \cdot 100,$$

где: x — количество золы (в %), a_1 — вес чашки с золой, a — вес пустой чашки, b — навеска молока.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ, КАЛИЯ И НАТРИЯ

50 г молока озоляют указанным выше способом (см. «Определение золы»). Полученную в тигле или чашке золу смачивают 0,5 мл концентрированной соляной кислоты. Затем золу растворяют в 20—25 мл дистиллированной воды и переносят жидкость вместе с не растворившейся частью в коническую колбу или стакан емкостью в 150—200 мл, ополоснув чашку или тигель 2—3 раза дистиллированной водой (всего около 10 мл).

Раствор
растворяют
лученному пр
вора хлорног
15 мл 10% на
ной уксусной
вов жидкост
ки и дают чере
сливают чере
тот же фил
промывают
собирая пром
После пр
трат охлажд
фильтрат

50 мл п
отмеривают
прибавляют
ком до слаб
ной HCl и 5
ния. Нагрев
(1:1) расте
в желтую. Н
1 час, не б
фильтр, про
щавелевоки
(1:100). Д
щавелевоки
рах дистил
осаждают,
1—2 часа
зола. Оса
щавелево
ко раз пр
аммоний,
(с AgNO₃)
переносят
форовый
сжигают,
тигель за

* Если
не в мерну
фальтрат.

Раствор нейтрализуют аммиаком до появления мути, которую растворяют осторожным прибавлением по каплям 5%-ной HCl . К полученному прозрачному раствору прибавляют 1,5 мл 10%-ного раствора хлорного железа (для осаждения фосфорной кислоты), 10—15 мл 10%-ного раствора уксуснокислого аммония и 1—2 мл 10%-ной уксусной кислоты. После прибавления всех указанных реактивов жидкость нагревают до кипения, кипятят 1 мин., снимают с сетки и дают осадку осесть на дно. После этого жидкость осторожно сливают через фильтр в мерную колбу емкостью 100 мл*. Затем на тот же фильтр переносят осадок. Осадок на фильтре тщательно промывают горячей водой, слегка подкисленной уксусной кислотой, собирая промывные воды в ту же мерную колбу.

После промывания осадка воронку с фильтром снимают, фильтрат охлаждают и доводят водой точно до объема 100 мл.

Фильтрат идет для определения кальция, магния и щелочей.

а) Определение окиси кальция

1) Весовой метод

50 мл полученного фильтрата, что соответствует 25 г молока, отмеривают пипеткой в химический стакан емкостью 200—250 мл, прибавляют несколько капель метилоранжа. Нейтрализуют аммиаком до слабо щелочной реакции. Прибавляют 5 мл концентрированной HCl и 50 мл 6%-ного горячего раствора щавелевокислого аммония. Нагревают до 70—80°, прибавляют по каплям разбавленный (1 : 1) раствор аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Выпадает осадок щавелевокислого кальция. Дают стоять 1 час, не более (если присутствует Mg), фильтруют через простой фильтр, промывают осадок 4—5 раз холодным 1%-ным раствором щавелевокислого аммония и растворяют его в 50 мл горячей HCl (1 : 100). Добавляют к раствору вместе с промывными водами 1 г щавелевокислого аммония, растворенного в нескольких миллилитрах дистиллированной воды, нагревают почти до кипения и снова осаждают, нейтрализуя кислый раствор аммиаком, дают постоять 1—2 часа и фильтруют декантацией через фильтр с известным весом золы. Осадок в стакане обрабатывают теплой водой, содержащей щавелевокислый аммоний, и переносят на фильтр, где еще несколько раз промывают горячей водой, содержащей щавелевокислый аммоний, до исчезновения в промывной воде реакции на хлор (с AgNO_3). Потом фильтр с осадком сушат в сушильном шкафу, переносят без потерь большую часть осадка в платиновый или фарфоровый тигель, туда же помещают свернутый фильтр и осторожно сжигают, не закрывая тигель крышкой. После сгорания фильтра тигель закрывают и слабо нагревают на паяльном огне 20 мин. Ох-

* Если в золе определяют только один кальций, то можно фильтровать не в мерную колбу, а в обычную коническую, беря для определения весь фильтрат.

ладив в эксикаторе, взвешивают и определяют количество окиси кальция (CaO) по формуле:

$$x = \frac{(b - a) \cdot 100}{25},$$

где: x — процентное содержание окиси кальция (CaO) в молоке,
 a — вес пустого тигля,
 b — вес тигля с CaO после прокаливания,
25 — количество молока (в г), соответствующее 50 мл фильтрата.

Если магний не определяется, а определяется один кальций и для определения берется весь фильтрат, формула принимает вид:

$$X = \frac{(b - a) \cdot 100}{50}.$$

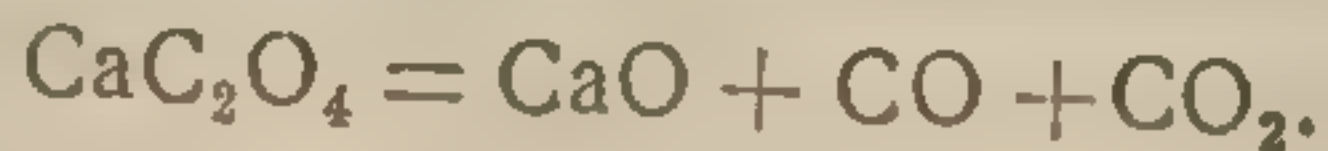
Сущность метода

При действии горячего раствора щавелевокислого аммония Ca количественно осаждается в виде щавелевокислого кальция по уравнению:



Осадок отфильтровывают и прокаливают.

Щавелевокислый кальций при прокаливании разлагается:



2) Объемный метод

Осаждают щавелевокислый кальций таким же образом как при определении весовым методом. После вторичного осаждения осадок декантируют через трубку-фильтр или стеклянный фильтр (см. рис. 29). Осадок в стакане промывают несколько раз дистиллированной водой, сливая промывные воды через тот же фильтр, после чего переносят осадок на фильтр и промывают до исчезновения реакции на хлор. Осадок на фильтре обрабатывают серной кислотой (15%-ным раствором) в количестве до 100 мл, фильтр промывают два-три раза горячей водой. Промывные воды вместе с серной кислотой собирают в колбу и оттитровывают 0,1 N раствором KMnO_4 . Количество окиси кальция в молоке получают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0,0028 \cdot 100}{25},$$

где: x — процентное содержание окиси кальция (CaO) в молоке,
 a — количество мл раствора KMnO_4 , пошедшее на титрование,
0,0028 — количество CaO, соответствующее 1 мл 0,1N раствора KMnO_4 ,
25 — количество молока (в г), соответствующее 50 мл фильтрата.

Сущность метода. Осадок щавелевокислого кальция растворяют в серной кислоте и титруют щавелевую кислоту 0,1 N раствором KMnO_4 . 1 мл 0,1 N раствора KMnO_4 соответствует $\frac{56,07}{2 \cdot 10000}$ г CaO , где 56,07 — молекулярный вес CaO .

3) Микрометод

20 мл молока вносят пипеткой в мерную колбу на 100 мл, добавляют 40 мл дистиллированной воды и при легком помешивании 10 мл 20% -ной трихлоруксусной кислоты. Смесь доводят в колбе до кипения, охлаждают, доливают до метки дистиллированной воды, взбалтывают и фильтруют. 5 мл фильтрата, что соответствует 1 мл молока, вносят в центрифужную пробирку, добавляют 1 каплю 1% -ного раствора фенолфталеина и доводят раствор 10% -ным аммиаком до слабощелочной реакции. Затем добавляют 1,0 N H_2SO_4 до растворения образовавшейся мути. К прозрачному раствору прибавляют 1 мл насыщенного раствора уксуснокислого натрия и 2 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония. Оставляют стоять ночь. После этого центрифугируют в течение 5 мин. при 3500 об/мин. Прозрачную жидкость отсифонируют при помощи маленького тонкого капилляра с отогнутым вверху концом, присоединенного к водоструйному насосу. К осадку добавляют 3 мл 2% -ного раствора аммиака, перемешивают тонкой стеклянной палочкой, снова центрифугируют и сифонируют, как указано выше; обработку аммиаком повторяют 2 раза. После последнего отделения жидкости осадок растворяют в 5 мл 1,0 N H_2SO_4 , подогревают до 80° и в центрифужной пробирке титруют из микробюретки с делениями в 0,01 мл 0,01 N раствором KMnO_4 . Процентное содержание CaO вычисляют по формуле:

$$X = a \cdot 0,00028 \cdot 100 \cdot 0,97,$$

где: X — процентное содержание CaO ,
 a — количество мл KMnO_4 , пошедшее на титрование,
0,00028 — количество CaO (в г), соответствующее 1 мл 0,01 N KMnO_4 ,
0,97 — коэффициент перевода мл молока в граммы.

Так как в формуле все величины постоянные, кроме a , ее можно упростить, и она принимает вид: $X = a \cdot 0,02716$.

б) Определение окиси магния

К фильтрату, полученному после фильтрования щавелевокислого кальция, прибавляют 10 мл насыщенного раствора фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4). Помешивая стеклянной палочкой, прибавляют крепкого аммиака, приблизительно $\frac{1}{3}$ общего количества жидкости. Через 12 час. осадок отфильтровывают через складчатый фильтр с известным весом золы, промывают сначала декангацией, а затем на фильтре — аммиачной водой (1 часть 10% -ного раствора аммиа-

ка на 3 части дистиллированной воды) до исчезновения реакции на хлор.

Фильтр с осадком высушивают, сжигают и прокаливают в тигле сперва при закрытой крышке, а затем на паяльной лампе в открытом тигле до постоянного веса. Получают пирофосфорнокислый магний белого цвета. Пересчет полученного веса пирофосфорнокислого магния ($Mg_2P_2O_7$) производят по следующей формуле:

$$X = \frac{(b - a) \cdot 0,3624 \cdot 100}{25},$$

где: X — процентное содержание окиси магния (MgO), в молоке,

a — вес пустого тигля,

b — вес тигля после прокаливания с $Mg_2P_2O_7$,

0,3624 — коэффициент для перевода $Mg_2P_2O_7$ в MgO ,

25 — количество молока (в г), соответствующее 50 мл фильтрата.

в) Определение общего количества щелочных металлов

50 мл фильтрата, приготовленного для определения кальция, магния и щелочных металлов, подкисляют 10%-ным раствором соляной кислоты. В жидкость прибавляют насыщенный раствор гидрата окиси бария (реактив 23) до сильнощелочной реакции для осаждения кальция и магния. Оставляют жидкость на некоторое время постоять для оседания осадка, после чего фильтруют через простой фильтр. Осадок промывают на фильтре до исчезновения реакции на барий (серной кислотой). Фильтрат с промывными водами нагревают до кипения, добавляют в него раствор углекислого аммония (1 часть углекислого аммония в 5 частях 2%-ного аммиака), до полноты осаждения бария. Жидкость фильтруют через плотный фильтр в колбу и промывают фильтр горячей водой, проверяя лакмусовой бумажкой исчезновение в промывной воде реакции на аммиак. Полученный фильтрат вместе с промывными водами переносят из колбы во взвешенную платиновую или фарфоровую чашку и выпаривают досуха. Для удаления аммонийных солей полученный остаток слабо накаливают до красного каления и взвешивают хлористые соли щелочных металлов. Полученное количество хлористых солей соответствует 50 мл фильтрата или 25 г молока. Для вычисления содержания хлористых солей в процентах результат умножают на 4.

г) Определение калия (в форме K_2O)

Определение производят или хлорплатинатным методом или кобальтнитритным. Более точный метод хлорплатинатный, но он дорог. Метод кобальтнитритный менее точен, но более доступен для практических целей.

1) Хлорплатинатный метод

После взвешивания хлориды растворяют в 5—10 мл горячей воды и переносят без потерь (смывая дистиллированной водой) в небольшую фарфоровую чашку. Подкисляют раствор 2—3 каплями концентрированной HCl, прибавляют раствор H_2PtCl_6 , содержащий 0,1 г H_2PtCl_6 в 1 мл раствора, с таким расчетом, чтобы ее хватило для осаждения всех щелочных металлов (рассчитывая, что присутствуют только хлориды натрия). Например, найдено 0,2 г хлоридов. Для осаждения 1 г NaCl следует добавить 4,1 г H_2PtCl_6 . Эта эмпирическая цифра несколько больше теоретической согласно отношению:

$$\frac{\text{H}_2\text{PtCl}_6}{2\text{NaCl}} = \frac{410}{116} = 3,5.$$

Для осаждения 0,2 г NaCl количество H_2PtCl_6 будет равно $0,2 \cdot 4,1 \cdot 10 = 8,2$ мл; 10 — объем (в мл), в котором содержится 1 г H_2PtCl_6 .

После добавления H_2PtCl_6 раствор остается прозрачным.

Фарфоровую чашку помещают на водяную баню и содержимое медленно выпаривают до сиропообразного состояния. Хлороплатинаты нельзя выпаривать досуха, так как это способствует образованию нерастворимой в спирте формы Na_2PtCl_6 .

После охлаждения сиропообразная масса затвердевает. Приливают к ней 10 мл 80%-ного раствора (по объему) спирта и при помощи стеклянной палочки размельчают осадок Na_2PtCl_6 и K_2PtCl_6 ; при этом Na_2PtCl_6 в спирте растворяется. Когда осадок будет достаточно размельчен, дают раствору отстояться и сливают его через маленький бумажный фильтр или стеклянный фильтр, стараясь при этом не переносить на фильтр осадка. Осадок обрабатывают небольшими порциями, по 1—2 мл спирта, до тех пор, пока раствор сливаемого спирта не станет совсем бесцветным, а осадок K_2PtCl_6 примет золотисто-желтый цвет. Осадку в чашке и фильтру с небольшим количеством осадка дают высохнуть (для удаления спирта). После этого осадок палочкой насколько возможно полнее переносят во взвешенный фарфоровый тигель. Остатки K_2PtCl_6 в чашке и на фильтре смывают небольшими порциями горячей воды (по 1—2 мл) и присоединяют к осадку, находящемуся в тигле, и все выпаривают досуха на водяной бане, и затем сушат при температуре 130—140° или в течение 30 мин. при температуре 100°. Взвешивают и процент K_2O в молоке определяют по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 0,1932 \cdot 100}{a},$$

где: x — процентное содержание K_2O в молоке,

b — вес найденного K_2PtCl_6 ,

a — количество молока в 50 мл фильтрата, что соответствует 25 г молока, взятых для определения щелочей, 0,1932 — эмпирический коэффициент для пересчета K_2PtCl_6 на K_2O .

Сущность хлороплатинатного метода. Определение K_2O основано на нерастворимости K_2PtCl_6 в 80-градусном этиловом спирте и на легкой растворимости в этом спирте Na_2PtCl_6 .

Реакция осаждения K_2PtCl_6 :



Необходимо добавление H_2PtCl_6 в избытке для превращения всего $NaCl$ в растворимый в этиловом спирте Na_2PtCl_6 . $NaCl$ не растворим в спирте и неполное его превращение в хлороплатинат может повести к завышению количества K_2O . K_2PtCl_6 получается в осадке, а Na_2PtCl_6 и избыток H_2PtCl_6 растворяются в 80-градусном спирте. Высушенный остаток не имеет состава, точно отвечающего формуле K_2PtCl_6 ; поэтому при пересчете осадка на K_2O не пользуются теоретическим коэффициентом.

$$\frac{K_2O}{K_2PtCl_6} = \frac{94,2}{486,19} = 0,1931,$$

а применяют эмпирический коэффициент 0,1932. Найденное количество K_2O соответствует 50 мл фильтрата или 25 г молока. Для пересчета на содержание K_2O в процентах полученный результат умножают на 4.

При пересчете осадка из KCl также пользуются не теоретическим коэффициентом

$$\frac{2KCl}{K_2PtCl_6} = 0,3067,$$

а эмпирическим: 0,3056.

2) Кобальтнитритный метод

Полученные хлориды (стр 60) растворяют в 10 мл воды, нагревают до 80—90° на водяной бане и приливают 5—6 мл кобальтнитрита (реактив 83), перемешивают и выпаривают на водяной бане, все время помешивая, не допуская высыхания смеси по краям чашки. Во время выпаривания прибавляют 2 раза по 1 мл 15%-ной уксусной кислоты. Выпаривание ведут до пастообразного состояния смеси; после охлаждения добавляют 10—15 мл воды и декантируют через стеклянный тигель-фильтр. Сначала осадок в чашке промывают 3 раза декантацией 2,5% раствором Na_2SO_4 , а затем на фильтре — до получения бесцветной промывной воды. В стакан емкостью 500—750 мл наливают 250 мл дистиллированной воды и из бюретки — точно отмеренное количество (50—60 мл) 0,1 N раствора $KMnO_4$, и нагревают на водяной бане до 80°. Не снимая стакан с бани опускают в него тигель вместе с осадком и приливают понемногу 10—20 мл H_2SO_4 (1 : 7), хорошо перемешивая жидкость. Стакан с содержимым продолжают нагревать до растворения желтого осадка. Жидкость чернеет от выпадения MnO_2 . По растворении желтого осадка нагревание продолжают еще 5—7 мин., после чего приливают из бюретки точно отмеренное количество 0,1 N щавелевой кислоты до обесцвечивания раствора и растворения осадка MnO_2 . Избыток щавелевой кислоты обратно титруется 0,1 N раствором $KMnO_4$. 1 мл 0,1 N раствора $KMnO_4$ соответствует 0,856 мг K_2O .

Осаждение можно вести на холоду следующим образом. К осадку хлоридов приливают 1—2 мл воды и 2 мл 10% уксусной кислоты. прибавляют 5 мл раствора кобальтнитрита натрия, покрывают чашку часовым стеклом и оставляют на 24 часа в темном месте (в воздухе не должно быть и следов аммиака). По прошествии этого времени добавляют 10 мл 2,5% раствора Na_2SO_4 , перемешивают и фильтруют осадок через стеклянный тигель-фильтр. После промывания осадка его окисляют 0,1 N раствором KMnO_4 , как указано выше.

Можно определить вес осадка непосредственно в виде кобальтнитрита калия — натрия, для чего осадок на фильтре промывают дистиллированной водой для удаления серной кислоты (проба с BaCl_2). Тигель высушивают в течение 1—2 часа при 110° до постоянного веса. Содержание K вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{0.1722 (b-a) 100}{v},$$

где: x — содержание K (в %),

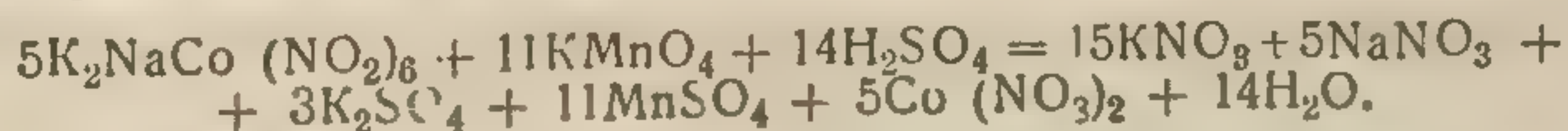
a — вес тигля (в г),

b — " " (в г) с осадком,

v — количество молока (в г), взятое для определения,

0,1722 — коэффициент для перевода $\text{K}_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ на K.

Сущность метода. Калий осаждается кобальтнитритом натрия в виде трудно растворимой комплексной соли $\text{K}_2\text{NaCo}(\text{NO}_2)_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$, которая окисляется в кислой среде 0,1N раствором KMnO_4 по реакции:



При этом $1/12$ часть кислорода, потребного для перевода нитритов в нитраты, получается в результате восстановления трехвалентного кобальта в двухвалентный. Остальное количество кислорода дается KMnO_4 .

д) Определение натрия (в форме Na_2O)

Вычитая из общего количества щелочей в виде хлористых солей вес хлористого калия, находят количество хлористого натрия (NaCl).

Умножая найденное количество NaCl на 0,5308, получают количество окиси натрия (Na_2O).

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА

В платиновой или серебряной чашке выпаривают 1 л молока и сухой остаток осторожно озоляют (рекомендуется производить выпаривание и озоление небольшими порциями). Озолив порцию сухого остатка, к золе прибавляют новую порцию молока, выпарив ее, внозь озоляют, пока не будет озолен весь литр молока. Зола растворяют в горячей дистиллированной воде с прибавлением небольшого коли-

чества 10%-ного раствора соляной кислоты, переносят в химический стакан и окисляют несколькими каплями концентрированной азотной кислоты. После этого жидкость нагревают до кипения, отфильтровывают через маленький фильтр в круглодонную колбу и промывают фильтр горячей водой до исчезновения реакции на железо. К фильтрату прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты, 20 мл цинковой смеси (реактив 24) и при сильном охлаждении жидкости прибавляют 25%-ный, а затем 5%-ный раствор аммиака до выпадения белого осадка и далее осторожно прибавляют по каплям слабый раствор аммиака до растворения образовавшегося осадка (фосфорнокислые соли щелочных земель при этом не растворяются). Раствор нагревают на бане до кипения. Когда жидкость начинает мутнеть, то нагревание продолжают еще около 10 мин., до выпадения кристаллического осадка. После этого жидкость осторожно, не взбалтывая осадка, фильтруют через небольшой фильтр диаметром 6—8 см, и небольшую порцию фильтрата испытывают соляной кислотой и 10%-ным раствором роданистого калия на присутствие железа; в случае обнаружения его фильтрат вливают обратно в колбу с осадком и нагревание продолжают до тех пор, пока в фильтрате не окажется железа. Когда жидкость отфильтрована, оставшийся в колбе осадок промывают 3 раза горячей водой декантированием; причем 5 мл последних промывных вод не должны окрашиваться в синий цвет от прибавления кристаллика иодистого калия, капли соляной кислоты и 1%-ного раствора крахмального клейстера (допускается весьма слабое фиолетовое окрашивание). Затем воронку с фильтратом вставляют в горлышко колбы, в которой находится большая часть осадка, наполняют фильтр 2 раза горячей разведенной соляной кислотой и промывают горячей водой до исчезновения реакции на железо.

К полученному раствору прибавляют по каплям 5%-ный аммиак до выпадения осадка, который затем растворяют в 2—3 мл 6 N раствора соляной кислоты, доводя объем жидкости дистиллированной водой приблизительно до 200 мл; затем прибавляют 6 г иодистого калия и выделившийся иод титруют 0,004 N раствором серноватистокислого натра (реактив 25) в присутствии 1%-ного раствора крахмального клейстера в качестве индикатора. Процентное содержание железа находят по формуле:

$$x = \frac{0,0002 \cdot a \cdot 100 \cdot 0,97}{1000},$$

где: x — процентное содержание железа (Fe) в молоке,
 0,0002 — количество железа, соответствующее 1 мл 0,004 N раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$,
 a — количество мл 0,004 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование,
 1000 — количество мл молока, взятых для определения,
 0,97 — коэффициент перевода мл молока в граммы.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИДОВ (ХЛОРА)

Определение хлоридов в золе, как это обычно принято делать при анализах, влечет за собой ошибку, так как даже при самом осторожном сжигании органических веществ молока происходит потеря хлора; ошибка в этом случае может достигать до 20—30% от общего количества хлоридов. Поэтому определение хлоридов производят непосредственно в молоке.

а) Метод определения азотнокислым серебром

20 мл молока отмеривают в мерную колбу емкостью 200 мл и смешивают с 10 мл 20%-ного раствора сернокислого алюминия и 8 мл 2,0 N раствора едкого натрия. Колбу дополняют водой до метки, сильно взбалтывают и жидкость фильтруют через простой фильтр в другую мерную колбу, емкостью 100 мл. 100 мл совершенно прозрачного фильтрата выливают в коническую колбу емкостью 250—300 мл, мерную колбу ополаскивают 2 раза водой, прибавляют 1 мл 10%-ного раствора K_2CrO_4 и титруют до красновато-кирпичного окрашивания 0,02817 N раствором азотнокислого серебра (4,788 г $AgNO_3$ на 1 л дистиллированной воды).

До начала титрования лакмусовой бумажкой необходимо убедиться в нейтральной реакции жидкости. Если реакция не нейтральная, то ее необходимо довести до таковой добавлением раствора $NaOH$.

Количество раствора серебра, пошедшего на титрование, умноженное на 10, дает количество хлора (в мг) в 100 мл молока. Для вычисления количества хлора в процентах полученное число делят на 1000 и на плотность исследуемого молока. Приняв за среднюю цифру плотности 1,03, получают цифру делителя, равную 1030.

б) Метод Ветрова с азотнокислой закисью ртути

В небольшую коническую колбу отмеривают 10 мл молока, около 10 мл воды и 0,4 мл азотной кислоты плотностью 1,5 или эквивалентное количество кислоты другой концентрации, чтобы в колбе получился приблизительно 0,5 N раствор этой кислоты. Затем из бюретки титруют хлориды 0,1 N раствором $Hg_2(NO_3)_2$ (реактив 84) при тщательном размешивании в присутствии 1% спиртового раствора дифенилкарбазона до внезапного появления голубого цвета.

Индикатор вводить в колбу не сразу, а в середине или перед концом титрования.

Количество мл 0,1 N раствора $Hg_2(NO_3)_2$, пошедших на титрование умножают на 0,5842, получают количество хлора в мг в 100 мл молока. Процентное содержание находят, умножив количество хлора на 0,97 и разделив на 1000.

Сущность метода. Титрование хлоридов производится непосредственно в молоке, причем белки, осажденные азотной кислотой, не отфильтровываются. К молоку прибавляют из бюретки $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, которая связывается с хлоридами:



в) Упрощенный метод [9]

В коническую колбу отмеривают 10 мл молока, 15 мл раствора азотно-серебряной соли с железо-аммиачными квасцами (реактив 26), встряхивают и титруют обратно несвязавшуюся азотно-серебряную соль раствором роданистого аммония (реактив 27).

1 мл раствора связавшейся азотно-серебряной соли соответствует 10 мг хлора в 100 мл молока.

Сущность метода состоит в том, что для титрования берут такой раствор азотнокислого серебра, 1 мл которого эквивалентен 1 мг хлора. Для быстроты определения индикатор смешивается с раствором серебра.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРСАХАРНОГО ЧИСЛА

Между молочным сахаром и растворимыми хлористыми солями в нормальном молоке устанавливается известное соотношение, выражаемое следующей формулой:

$$\text{Хлорсахарное число} = \frac{\text{процентное содержание хлора} \times 100}{\text{процентное содержание молочного сахара}}$$

В нормальном молоке это соотношение не превышает 4,0. Если оно выше, то можно думать о ненормальном изменении молока. Сильно увеличивается хлорсахарное число при заболеваниях вымени (мастит).

Вычисление хлорсахарного числа проводится при общем анализе или специально, тогда количество хлора и молочного сахара определяют одним из указанных методов.

Пример. Процентное содержание хлора в молоке 0,086, процентное содержание молочного сахара 4,69; хлорсахарное число $= \frac{0,086 \cdot 100}{4,69} = 1,83$.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕЦИТИНА

100 мл молока (при помешивании в химическом стакане емкостью 500 мл) осаждается 200 мл 96-градусного спирта. После полного выпадения осадка жидкость фильтруют в колбу через простой фильтр.

Последний вместе с осадком переносят в тигель а экстракционного аппарата (рис. 32) и экстрагируют хлороформом на водяной бане в течение не менее 30 час. Спиртовой фильтрат выпаривают при 50—60°, остаток обрабатывают хлороформом и полученную хлороформенную вытяжку присоединяют к таковой же, полученной при экстрагировании фильтрата с осадком. Соединенные вытяжки выпаривают в платиновой или фарфоровой чашке на водяной бане под тягой; остаток осторожно изоляют и в полученной золе определяют молибденовым раствором (реактив 28) фосфорную кислоту (стр. 75).

Умножая найденное количество пирофосфорнокислого магния ($Mg_2P_2O_7$) на 7,27 (лецитин молока содержит 3,83% фосфора), найдем количество лецитина в 100 мл молока. Для определения в процентах результат умножают на 0,97.

Сущность метода. Хлороформ экстрагирует лецитин, не захватывая других фосфоросодержащих веществ молока. Экстрагированный лецитин вместе с жиром изоляют и в золе определяют фосфор, по количеству которого рассчитывают содержание лецитина.

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОДА

50 мл молока смешивают с 4 г сухого едкого калия и оставляют на несколько дней. 25 мл этой смеси выливают в железную или фарфоровую чашку и осторожно выпаривают. После этого прибавляют 10—12 мл насыщенного свободного от иода раствора поташа (реактив 29), выпаривают досуха и обугливают. Затем массу выщелачивают свободной от иода водой и фильтруют; фильтрат имеет желтоватый цвет. Фильтр изоляют, золу переносят в фильтрат; последний высушивают досуха. При этом должен получиться серо-белый осадок.

Этот остаток смешивают с небольшим количеством воды до получения клееобразной массы и 5 раз обрабатывают свободным от иода этиловым алкоголем (реактив 30), расходуя на эту операцию 150 мл его (по 30 мл каждый раз), каждый раз сливая вытяжки в другую фарфоровую чашку. Если после первого или второго приливания спирта масса становится твердой, то прибавляют еще поташа, доводя массу до состояния клея, и продолжают обработку ее спиртом. Потом отгоняют алкоголь, остаток растворяют свободной от иода дистиллированной водой, фильтруют в платиновый или фарфоровый тигель и высушивают. Сухой остаток смачивают раствором соды, еще раз высушивают и осторожно прокалывают. Остаток

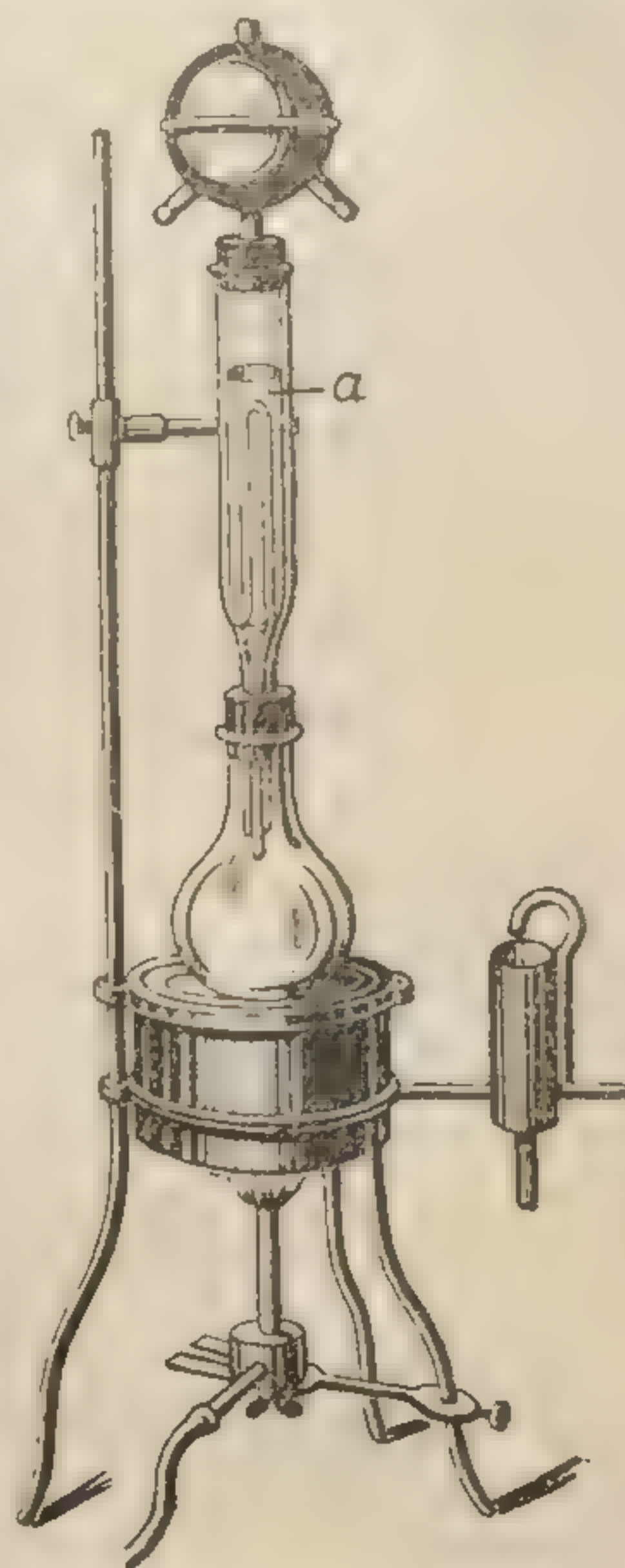


Рис. 32. Экстракционный аппарат

смывают тремя-четырьмя порциями воды в коническую колбу, прибавляют водой и смешивают с избытком хлорной или лучше бромной воды. Иод переходит в свободное состояние и окисляется в иодноватистую кислоту. Жидкость кипятят для удаления избытка хлора или брома. После охлаждения жидкости к ней прибавляют кристалл химически чистого иодистого калия и подкисляют 2 каплями свободной от иода серной кислоты. Затем прибавляют 1%-ный крахмальный клейстер (реактив 22) и титруют иод 0,0017 N раствором (0,0413%) серноватистокислого натрия.

Такое же титрование проделывают с 1 мл приготовленного раствора иодистого калия (реактив 31), содержащегося в 1 мл 10 γ (гамм) иода. Зная титр серноватистокислого натрия, определяют количество иода в 25 мл исследуемого молока. Умножая на 4 и на 0,97, находят процентное содержание иода.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ

Часто принято молочную кислоту определять путем расчета, исходя из градусов кислотности молока. Такой расчет неточен, так как титруемая кислотность показывает не молочную кислоту, а общую кислотность молока, и там, где нужно определить содержание молочной кислоты, необходимо использовать специальные методы определения молочной кислоты.

а) Качественная проба

К 10 мл раствора карболовой кислоты (реактив 32) прибавляют несколько капель молока. В присутствии молочной кислоты синевато-фиолетовый цвет реактива переходит в зелено-желтый.

б) Количественное определение [10]

25 мл молока вливают в мерную колбу на 250 мл, прибавляют в нее 150 мл дистиллированной воды и 50 мл 10%-ного раствора медного купороса. Реакция раствора должна быть слегка кислой, в противном случае добавляют несколько капель 0,1 N серной кислоты. Колбу в течение 20 мин. нагревают в кипящей водяной бане и раствор охлаждают до 20°. Объем жидкости в колбе доводят водой до метки и фильтруют. 200 мл прозрачного фильтрата (соответствует 20 мл молока) выливают во вторую колбу на 250 мл и доводят до метки известковым молоком (10%-ной CaO). Жидкость с выпавшим объемистым осадком перемешивают, дают постоять 10 мин. и, стараясь не захватывать осадка, фильтруют в колбу для отсасывания через складчатый фильтр при слабом отсасывании водоструйным насосом. Из прозрачного фильтрата берут пипеткой 50 мл (соответствует 4 мл молока) и переносят в перегонную колбу на 300 мл, нейтрализуют по лакмусу 25%-ным раствором H_2SO_4 . После этого в перегонную колбу прибавляют столько 25%-ного раствора H_2SO_4 , чтобы концентрация серной кислоты в растворе составляла приблизительно 0,5%.

Затем к раствору добавляют небольшое количество талька и закрывают колбу резиновой пробкой с двумя отверстиями. Через одно из отверстий колба соединяется с вертикальным шариковым холодильником, соединенным с холодильником Либиха, форштосс которого опущен в коническую колбу емкостью 250 мл. В последнюю колбу наливают 50 мл 0,02 N раствора бисульфита натрия, разбавленного двойным количеством дистиллированной воды. Через второе отверстие в пробке перегонной колбы вставляют делительную воронку (рис. 33). При сборке прибора обращают внимание на герметичность

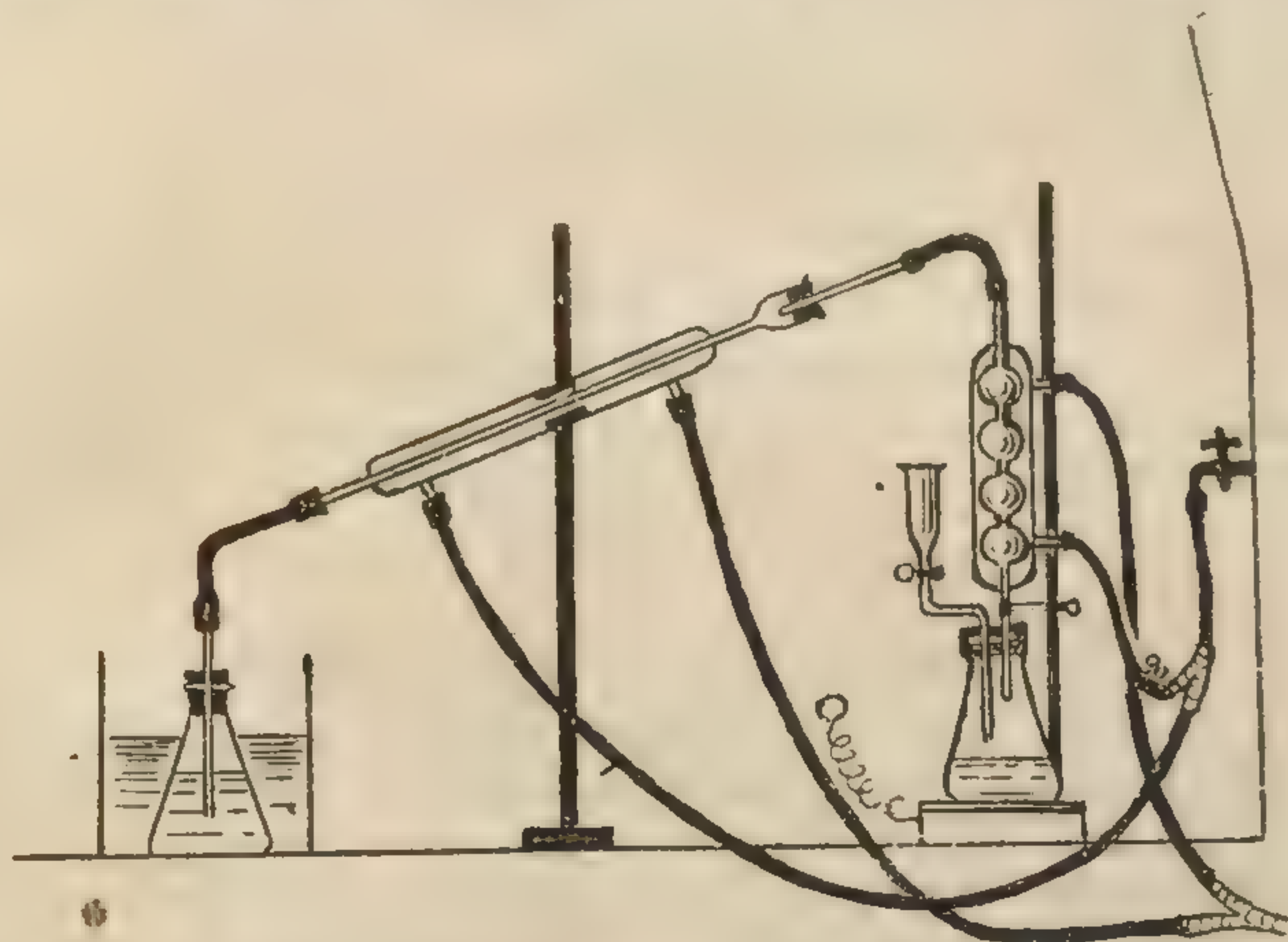


Рис. 33. Аппарат для определения молочной кислоты

тичность всех соединений. Перегонную колбу нагревают, поддерживая жидкость в состоянии энергичного кипения, и из делительной воронки равномерно по каплям приливают в колбу 0,01 N раствор KMnO_4 , по мере обесцвечивания жидкости, охлаждая шариковый холодильник водой. Окисление продолжают 1—1,5 часа до принятия жидкостью сильно бурого цвета, не исчезающего в течение 10 мин. По окончании окисления охлаждение шарикового холодильника прекращают и холодную воду пропускают через холодильник. Продолжая нагревать колбу с окисленной жидкостью перегоняют уксусный альдегид. Отгонка альдегида заканчивается в течение 20—25 мин., последний собирается в колбу с раствором бисульфита, охлаждаемым водой со льдом.

После окончания отгонки оставшийся в приемной колбе несвязанный бисульфит оттитровывается 0,01 N раствором иода с индикатором 0,5% -ного раствора крахмала.

Количество миллилитров бисульфита, соединившееся с уксусным альдегидом перечисляют на молочную кислоту. 1 мл 0,02 N раствора бисульфита соответствует 0,45 мг молочной кислоты. Количество мо-

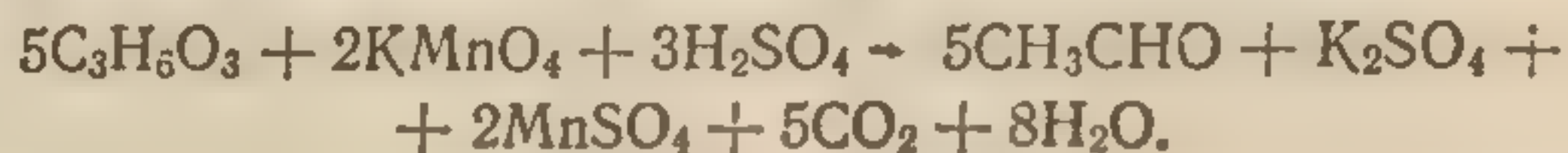
лочной кислоты в миллиграммах на 100 мл молока вычисляют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0,45 \cdot 100}{4},$$

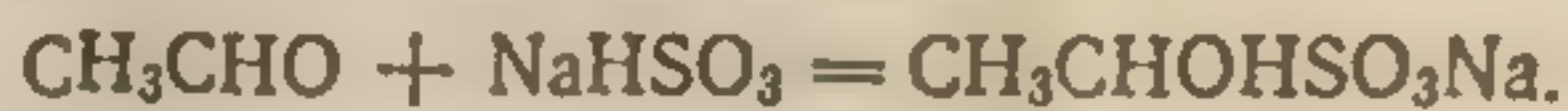
где: a — количество 0,2 N бисульфита (в мл), пошедшего на титрование.

4 — количество молока (в мл), взятого для определения.

Сущность метода. Молочную кислоту в сыворотке (после осаждения белков сернокислой медью) окисляют в кислом растворе $KMnO_4$ в уксусный альдегид:



Уксусный альдегид отгоняется в бисульфит, который с альдегидом дает бисульфитный продукт (α — оксисульфокислоту):



Оставшийся бисульфит оттитровывают раствором иода и таким образом узнают количество связавшегося альдегидом бисульфита.

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

а) Общее количество серной кислоты

100 мл молока обливают в грушеобразной с длинным горлом колбе приблизительно 10 мл смеси дымящейся азотной и соляной кислоты (реактив 33) и нагревают на слабом огне до получения прозрачной желтой жидкости, так, чтобы при этом жир не обугливался. По охлаждении жидкость разбавляют водой, фильтруют. Фильтрат сгущают в фарфоровой чашке до небольшого объема и нейтрализуют 40%-ным раствором едкого натрия до слабо щелочной реакции, выпаривают досуха и остаток сжигают на пламени горелки. Зола растворяют в воде, прибавляют несколько капель соляной кислоты и раствор фильтруют. Фильтрат в стакане нагревают до кипения, прибавляя 5 мл нагретого (также до кипения) 10%-ного раствора хлористого бария; при этом выпадает осадок, которому дают осесть на водяной бане. Полученный прозрачный раствор горячим декантируют через небольшой плотный фильтр (с синей лентой) с известным весом золы. Осадок в стакане обливают примерно 50 мл кипящей воды, перемешивают, дают ему осесть и сливают воду. Декантацию повторяют несколько раз, после чего осадок без потерь переносят на фильтр и снова промывают кипящей водой до тех пор, пока фильтрат не будет больше давать реакции с серной кислотой на Ba . После этого осадок с фильтром переносят во взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, высушивают в сушильном шкафу и осторожно сжигают, так, чтобы фильтр тлел, а не горел. Когда фильтр сгорит, тигель прокаливают до темнокрасного каления и по охлаждении взвешивают. Разница в весе тигля с $BaSO_4$ и пустого дает количество $BaSO_4$.

Умножая полученный вес сернистого бария (за вычетом веса зола фильтра) на 0,3429 и на 0,97, находят количество SO_2 в 100 г молока.

б) Серная кислота небелковых соединений

100 мл молока смешивают с 50 мл 2%-ного раствора соляной кислоты и с 50 мл 5%-ного раствора сулемы. Жидкость взбалтывают и фильтруют. В фильтрате определяют серную кислоту, как указано выше, при определении общего количества серной кислоты: фильтрат в стакане нагревают до кипения, прибавляют 5 мл нагретого до кипения 10%-ного раствора хлористого бария и далее поступают, как при определении общего количества серной кислоты.

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИМОННОЙ КИСЛОТЫ

а) Метод с цианистым калием

В мерную колбу емкостью 200 мл вливают 50 мл молока, приблизительно 75 мл воды и 50 мл раствора сернистой окиси ртути (реактив 34); все это перемешивают. В результате указанного казеин выпадает. Колбу дополняют водой до метки и, хорошо перемешав, фильтруют через плотный бумажный фильтр (диаметром 8—10 см).

Обычно получается мутный фильтрат; тогда фильтрацию повторяют через тот же фильтр несколько раз, пока фильтрат будет иметь незначительную опалесценцию (полного просветления достигнуть не удастся).

100 мл фильтрата (что соответствует 25 мл молока) в химическом стакане емкостью 250—300 мл нагревают до кипения, убирают горелку и при помешивании окисляют 1%-ным раствором KMnO_4 , прибавляя раствор каплями и взбалтывая жидкость после каждой капли. Вскоре появляется муть, затем желтовато-белый осадок; окисление KMnO_4 ведут до того момента, когда больше не образуется осадок, — последний осядет на дно и жидкость над ним станет совершенно прозрачной. Для этого достаточно 5—10 мл KMnO_4 .

Осадок имеет кофейно-бурый цвет вследствие примешивания к нему в небольшом количестве MnO_2 . Чтобы освободить осадок от этой примеси, жидкость нагревают до кипения, отставляют горелку и прибавлением по каплям перекиси водорода доводят его до совершенно белого цвета; на это идет 5—10 капель H_2O_2 .

После этого раствор охлаждают и фильтруют через асбестовый фильтр с отсасыванием водяным насосом. Осадок на фильтре промывают водой до исчезновения реакции на серную кислоту (фильтрат не должен давать мути с хлористым барием). Затем под фильтр подставляют чистую колбу и осадок на фильтре растворяют 5 мл чистой концентрированной соляной кислоты, промывают фильтр 50 мл воды, снова обрабатывают 5 мл HCl и еще раз промывают 50 мл воды. Мутный раствор переливают в коническую колбу, нагревают до кипения и опять фильтруют при слабом отсасывании через тот же асбестовый фильтр до получения совершенно прозрачного

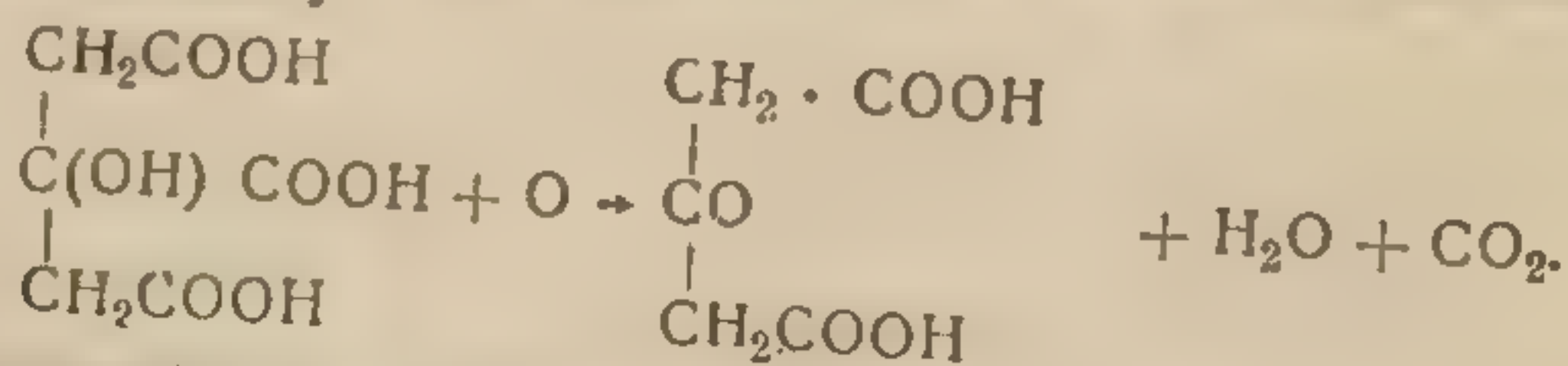
раствора. Фильтр промывают дистиллированной водой. Фильтрат вновь переносят в коническую колбу, прибавляют 20 мл 25%-ного аммиака и из бюретки точно отмеривают 10 мл 0,1 N раствора цианистого калия. Затем к раствору прибавляют 10 капель 10%-ного раствора иодистого калия в качестве индикатора и титруют 0,1 N раствором AgNO_3 * до появления слабой мути, не исчезающей при взбалтывании. Вычитая из 10 количество миллилитров 0,1 N раствора AgNO_3 , пошедшего на титрование, определяют количество миллилитров 0,1 N раствора KCN, связавшееся ртутью. По полученной разности, пользуясь табл. 5, находят количество лимонной кислоты, выраженное в сантиграммах на 1 л молока при титровании 100 мл первоначального фильтрата, т. е. 25 мл молока. Для определения лимонной кислоты в процентах (в 100 г молока) результат делят на 10 и умножают на 0,97.

Определение количества лимонной кислоты

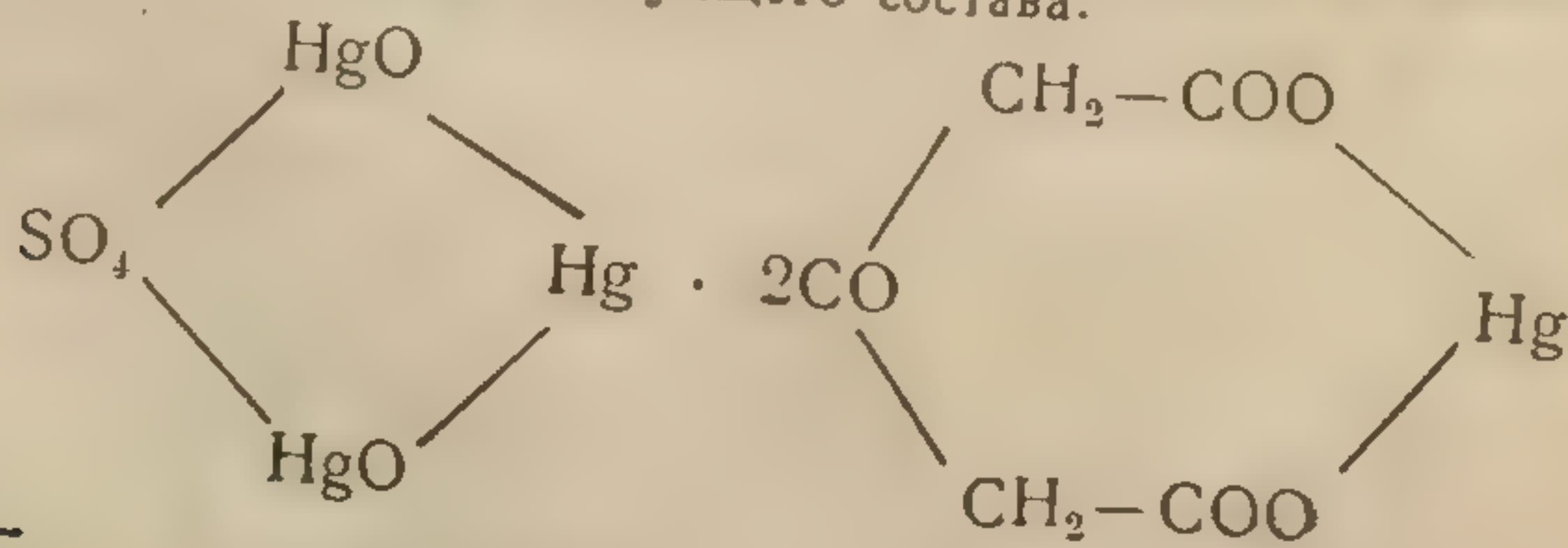
Таблица 5

0,1 KCN	Десятые доли миллилитров 0,1N KCN									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	0	3,0	6,0	9,0	12,5	15,0	17,5	20,5	23,5	26,5
1	29,5	32,5	35,5	38,5	41,5	44,5	47,0	50,0	53,0	56,0
2	59,0	62,0	65,0	68,0	71,0	74,0	76,5	79,5	82,5	85,5
3	88,5	91,5	94,5	97,5	100,5	103,5	106,0	109,0	112,0	115,0
4	118,0	124,0	124,0	127,0	130,0	133,0	135,5	138,5	141,5	144,5
5	147,5	150,5	153,5	156,5	159,5	162,5	165,0	169,0	172,0	175,0
6	178,0	181,0	184,0	187,0	191,0	194,0	197,0	200,0	203,0	207,0
7	210,0	213,0	216,0	219,0	223,0	226,0	229,0	232,0	235,0	239,0
8	242,0	245,0	248,0	251,0	255,0	258,0	261,0	264,0	267,0	270,0
9	273,5	276,5	279,5	282,5	285,5	289,5	292,5	295,5	298,5	301,5
10	305,5	307,5	311,5	314,5	317,5	321,5	325,0	328,0	331,0	334,5

Сущность метода. Лимонная кислота окисляется KMnO_4 в ацетондикарбоновую кислоту:



Ацетондикарбоновая кислота с избытком сернокислой окиси ртути дает осадок двойного соединения следующего состава:

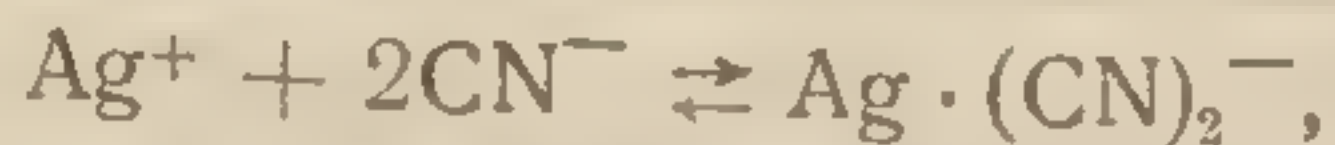


* Титр 0,1N KCN устанавливают по 0,1N раствору серебра.

Это соединение, не растворимое в воде, растворяется в минеральных кислотах, в том числе в HCl.

После растворения осадка в HCl прибавляют известное количество раствора KCN (0,1 N раствора), который связывает ртуть в виде цианида ртути $\text{Hg}(\text{CN})_2$, мало диссоциирующего соединения. Оставшееся количество раствора KCN определяют титрованием его AgNO_3 (0,1 N раствором).

При добавлении ионов серебра к раствору цианида щелочного металла образуются очень стойкие комплексные ионы:



щелочные соли которых растворимы в воде. Когда реакция закончится, дальнейшее добавление нитрата серебра приводит к образованию осадка аргентоцианида серебра, который обычно называют цианидом серебра:



—конечная точка титрования.

Конец титрования определяется появлением мути.

б) Иодометрический метод Кометиани [11]

10 мл молока разбавляют равным объемом воды и при энергичном взбалтывании прибавляют 2 мл H_2SO_4 (1 : 1) и 4 мл раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты (реактив 35). Через несколько минут осадок отфильтровывают и тщательно промывают на простом фильтре холодной водой до исчезновения в промывных водах реакции на серную кислоту с BaCl_2 . Прозрачный фильтрат (с содержанием лимонной кислоты от 5 до 40 мг) помещают в коническую колбу емкостью 100—200 мл и к каждому 10 мл жидкости прибавляют 1 мл H_2SO_4 (1 : 1) и 0,3 мл 22,5%-ного раствора КВг. Общий объем не должен превышать 100 мл.

Колбу ставят в воду при температуре 40—45° и содержимое ее окисляют, прибавляя по каплям насыщенный раствор KMnO_4 , пока последняя капля не перестанет обесцвечиваться. Излишка KMnO_4 следует избегать.

Жидкость сначала принимает желтый цвет, потом бурет от выделившихся бурых хлопьев перекиси марганца.

После окончания окисления колбу оставляют еще на бане 5 мин., а затем охлаждают в ледяной воде и избыток Вг и MnO_2 удаляют несколькими каплями насыщенного раствора соли Мора подкисщенной серной кислотой. Выпадает осадок.

Если осадок выпадает очень мелким, в виде мути, то жидкость оставляют на некоторое время в покое, чтобы осадок собрался в более крупные частицы. Затем жидкость с осадком отфильтровывают через маленький плотный бумажный фильтр или стеклянный фильтр, применяя отсасывание водоструйным насосом, и осадок на фильтре промывают холодной (ледяной) водой. После отсасывания послед-

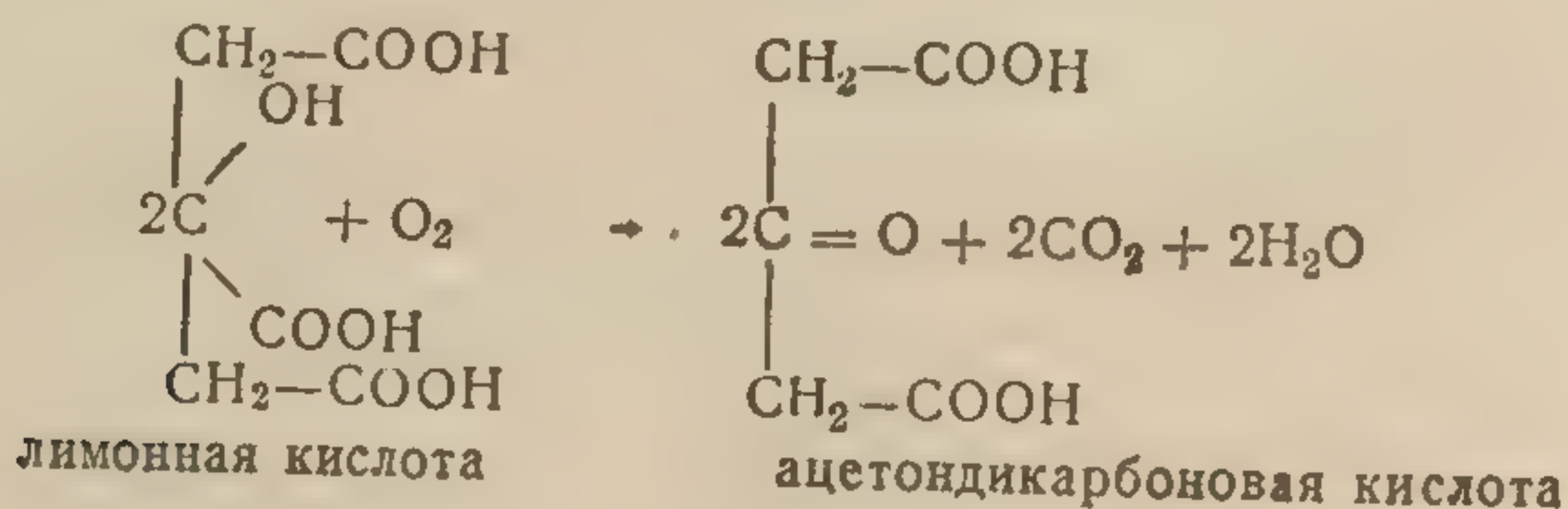
них капель промывных вод осадок растворяют на фильтре в 96°-ном спирте, собирая раствор в коническую колбу емкостью в 750 мл. Для растворения осадка требуется 25—50 мл спирта, который приливается на фильтр маленькими порциями. Раствор в колбе подкисляют 4—5 мл ледяной уксусной кислоты, нагревают до кипения (но не кипятят) и прибавляют 5 мл 20%-ного раствора NaJ в 96°-ном спирте. Окрасившейся от иода жидкости дают постоять 3—5 мин. на водяной бане, после чего охлаждают 10—15 мин., разбавляют 10—12-кратным количеством воды и, смотря по количеству иода, титруют 0,1 N или 0,05 N раствором гипосульфита. Индикатором служит 1%-ный раствор крахмала. 1 грамм-молекула лимонной кислоты соответствует 6 грамм-молекулам иода. 1 г. эквивалент J соответствует $210,08 : 6 = 35,01$ г лимонной кислоты, или 1 мл 0,1 N раствора J соответствует 3,501 мг лимонной кислоты. Процентное содержание лимонной кислоты определяют по формуле:

$$x = 0,003501 \cdot a \cdot 10 \cdot 0,97,$$

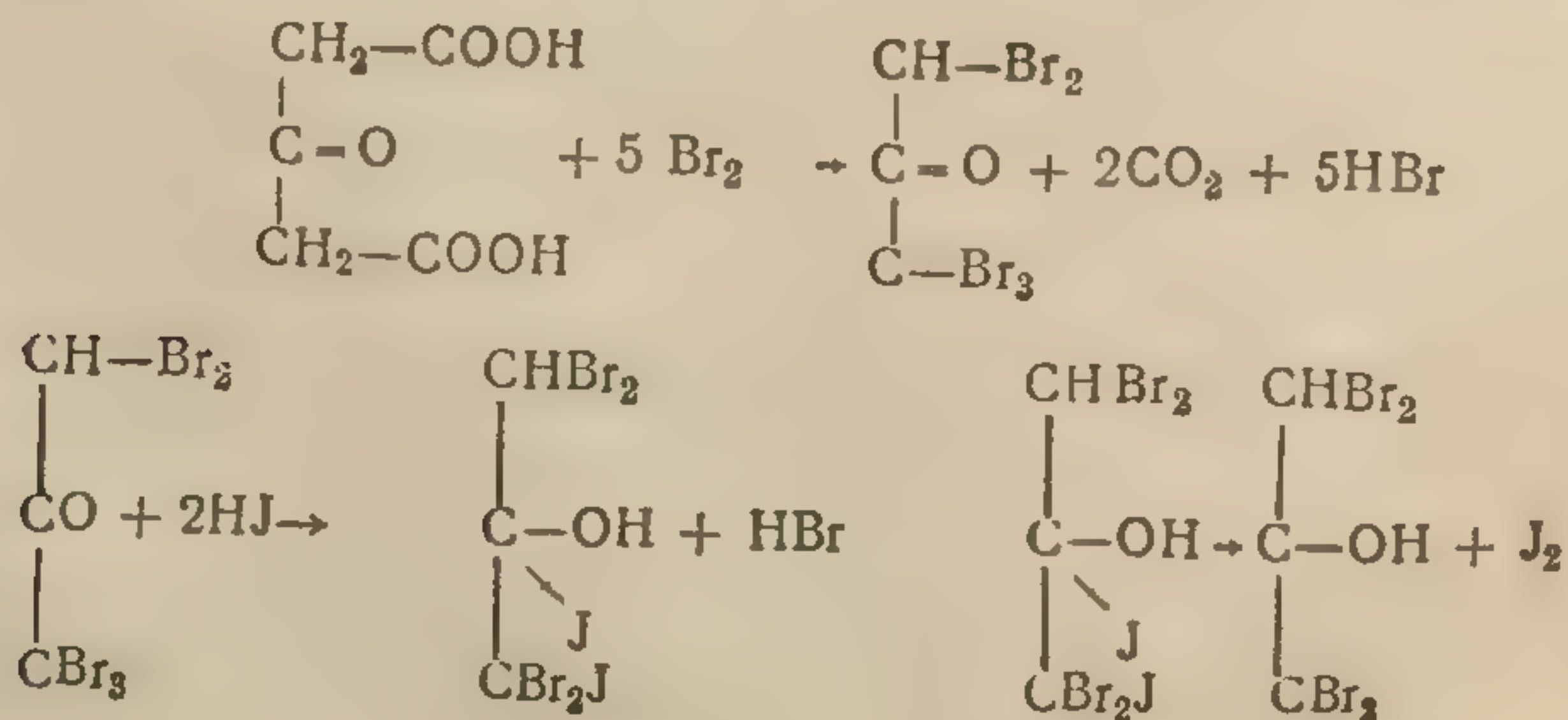
где: a — количество мл 0,1 N раствора гипосульфита, пошедшее на титрование.

Сущность метода Коветиани можно представить следующими реакциями.

Лимонная кислота окисляется KMnO_4 в кетокислоту—



KMnO_4 одновременно с лимонной кислотой производит окисление прибавляемого при реакции KBr , который выделяет Br_2 . Ацетондикарбоновая кислота переводится бромом в пентабромацетон, который в алкогольном растворе восстанавливается иодисто-водородной кислотой до кетона (эвальной формы), отщепляя иод в свободной форме (два эквивалента):



Оставшиеся 4 атома брома могут также замещаться иодом с последующим отщеплением иода при нагревании и образовании органического радикала, который или соединяется со вторым радикалом или входит в реакцию с растворителем.

15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

а) Общее количество

1. Метод без озоления

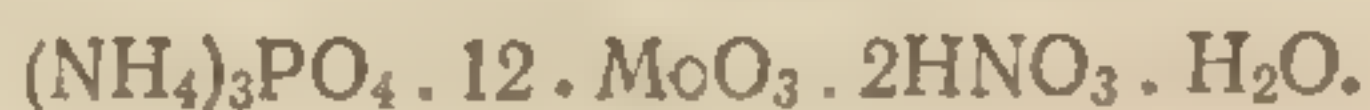
Отвешивают около 10 г молока (с точностью до 0,01 г) в грушеобразную с длинным горлом колбу емкостью 100 мл, прибавляют в нее около 10 мл кислотной смеси (равные объемы концентрированных серной и азотной кислот) и нагревают на очень слабом огне. Когда выделение бурых паров (двуокиси азота) ослабнет, в колбу при слабом ее нагреве прибавляют небольшими порциями (лучше каплями из делительной воронки) 4—7 мл концентрированной азотной кислоты. Конец окисления устанавливают следующим образом: раствор разбавляют 20—25 мл воды, сильно нагревают до удаления бурых паров окислов азота и наблюдают, становится ли жидкость темной или бесцветной. В первом случае нагревание колбы уменьшают и вносят новые порции азотной кислоты, пока раствор после сильного нагревания не станет бесцветным.

После этого раствор охлаждают, переливают в стакан емкостью 500 мл, разбавляют водой (до 150 мл, обмывая ею колбу) и кипятят 5—10 мин. Отставив горелку, прибавляют в раствор 50 мл 50%-ного азотнокислого аммония, подогревают смесь до 70—80° и вливают в нее 40 мл 10%-ного раствора молибденово-кислого аммония (реактив 36). Как только начнет образовываться осадок фосфорно-молибденового аммония, смесь в продолжение 0,5 мин. сильно размешивают для получения более зернистого осадка. Раствор охлаждают и оставляют на некоторое время в покое, после чего совершенно прозрачную жидкость декантируют через очень плотный фильтр (предварительно обработанный ледяной водой), стараясь не переносить осадка на фильтр. Осадок в стакане промывают декантацией 3—4 раза ледяной водой, пока синяя лакмусовая бумажка перестанет краснеть.

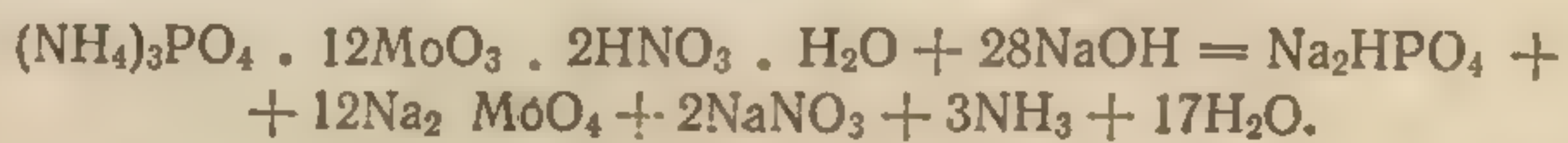
Промытый фильтр переносят в стакан с осадком, приливают 150 мл воды и фильтр стеклянной палочкой разрывают на мелкие части. Затем, непрерывно размешивая жидкость в стакане, приливают в него из бюретки 0,5 N раствора едкого натрия, пока весь осадок не растворится. После этого прибавляют еще 5 мл щелочи (замечают общий объем израсходованной щелочи) и кипятят, пока не исчезнет аммиак (проба на пары аммиака влажной лакмусовой бумажкой). Раствор охлаждают, прибавляют воды до первоначального объема (150 мл), 5 капель 2%-ного раствора фенолфталеина и титруют до нейтральной реакции 0,5 N раствором серной кислоты, тем самым определяя количество оставшейся щелочи. Умножая раз-

ность между количеством миллилитров взятой щелочи и остатком щелочи на 1,268, получают количество P_2O_5 в миллиграммах. Для вычисления содержания P_2O_5 в процентах результат делят на 100.

Сущность метода. Определение фосфорной кислоты производят после полного окисления молока смесью серной и азотной кислот, так как при сухом сжигании возможны потери белкового фосфора. К полученному раствору фосфатов, освобожденному от органических веществ, прибавляют азотнокислый аммоний, азотную кислоту и избыток молибденовокислого аммония, отчего фосфорная кислота в нагретом растворе осаждается в виде желтого фосфорномолибденовокислого аммония:



Определение количества фосфорной кислоты в выпавшем осадке производят, обрабатывая его 0,5 N раствором едкого натрия, разлагающим фосфорномолибденовокислый аммоний на ряд растворимых веществ:



Количество едкого натрия, пошедшего на реакцию, устанавливают обратным титрованием 0,5 N раствором кислоты.

Разность между числом миллилитров 0,5 N щелочи, пошедшей на обработку осадка, и числом миллилитров 0,5 N кислоты на обратное титрование, умноженное на 1,268, дает количество фосфорной кислоты (P_2O_5) в миллиграммах во взятой навеске молока, так как 1 мл 0,5 N раствора NaOH соответствует 1,263 мг P_2O_5 .

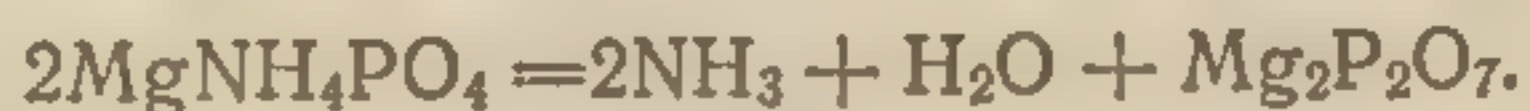
2. В золе молока

Отвешивают 100 г молока, выпаривают его в платиновой или фарфоровой чашке на водяной бане досуха и полученный сухой остаток осторожно сжигают, прибавляя к нему небольшими порциями смесь соды и селитры. Зола растворяют в небольшом количестве 5%-ного раствора азотной кислоты, и раствор фильтруют через небольшой плотный фильтр в химический стакан; чашку и фильтр промывают небольшими порциями горячей дистиллированной воды до исчезновения реакции на кислоту по фенолфталеину. К фильтрату прибавляют 100 мл молибденового раствора (реактив 28) и ставят на 5 час. в теплое место до полного выпадения образовавшегося желтого осадка. Отстоявшуюся жидкость осторожно сливают с осадка, пропуская ее через небольшой очень плотный фильтр, и фильтрат испытывают на полноту осаждения, прибавляя к нему еще около 20 мл молибденового раствора. Если при этом образуется осадок, то раствор фильтруют, декантируя через тот же фильтр, а осадок переносят к основному осадку в химическом стакане. После этого оставшийся в стакане и задержанный на фильтре осадок 3—4 раза промывают разведенным молибденовым раствором (1 часть молибденового раствора и 3 части воды) таким образом, что сначала наливают промывную жидкость в стакан и смешивают с осадком, а когда последний снова осядет, жидкость декантируют на фильтр. Затем, поставив под воронку чистый стакан, осадок в стакане растворяют небольшим количеством теплого 10%-ного раствора аммиака. Жидкость выливают на фильтр для растворения

той части осадка, которая могла быть на фильтре. Стакан из-под осадка и фильтр промывают слабым раствором аммиака, чтобы общее количество раствора вместе с промывными водами не превышало 50—75 мл. К полученной жидкости прибавляют по каплям при постоянном помешивании 10%-ный раствор соляной кислоты, пока образующийся желтый осадок почти перестанет вновь растворяться. По охлаждении жидкости в нее сперва приливают 3 мл аммиака, потом по каплям, при постоянном помешивании стеклянной палочкой, 5 мл магнезиальной смеси (реактив 37) и раствор аммиака в количестве $\frac{1}{3}$ объема жидкости. Жидкость отстаивается в течение 24 час., после чего ее фильтруют через плотный фильтр. Осадок на фильтре промывают разведенным аммиаком (1 часть 10%-ного аммиака на 3 части воды) до исчезновения реакции на хлор, сжигают вместе с фильтром в платиновом или фарфоровом тигле, затем прокалывают (сперва слабо, затем сильно) до получения белого остатка и по охлаждении взвешивают.

Умножая вес полученного пирофосфорнокислого магния на 0,6376, находят содержание P_2O_5 .

Сущность метода. Определение фосфорной кислоты производят в золе молока, способствуя полному сжиганию молока прибавлением соды и селитры, что уменьшает возможные потери фосфора. Фосфорную кислоту сначала осаждают в виде фосфорномолибденовокислого аммония, который растворяют в аммиаке, после чего фосфорную кислоту снова осаждают в виде фосфорноаммонийномagneзиевой соли — $MgNH_4PO_4$, при прокаливании переходящей в пирофосфорнокислую соль магния:



Образующиеся при реакции аммиак и вода улетучиваются при прокаливании, а оставшаяся пирофосфорнокислая соль магния взвешивают. Умножением веса пирофосфорнокислого магния на 0,6376 находят процентное содержание фосфорной кислоты (P_2O_5), так как для определения было взято 100 г молока. Цифра 0,6375 получается в результате деления молекулярного веса P_2O_5 на $Mg_2P_2O_7$.

3. Объемный метод

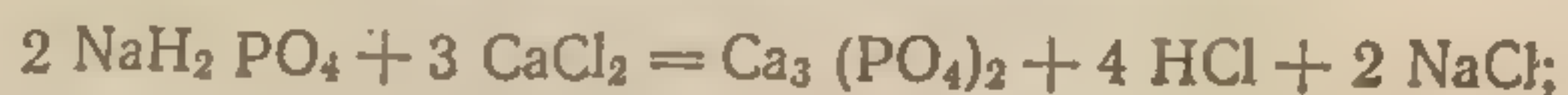
К 20 мл молока прибавляют точно отмеренное количество (20 мл) 0,1 N раствора соды и все озольют в тигле обычным способом по возможности на слабом огне при температуре не выше 600° . Золу переносят в коническую колбу емкостью 100 мл, смывая частички зола небольшим количеством воды, затем приливают в колбу 30 мл 0,1 N раствора HCl. Полученный кислый раствор (если он недостаточно кислый, прибавляют HCl) выпаривают на водяной бане до объема 15—20 мл. Вся зола большей частью растворяется. К раствору прибавляют 2 капли 0,1%-ного раствора метилоранжа. Раствор охлаждают и титруют 0,1 N раствором едкого натрия до перехода в желтый цвет, а затем 0,1 N раствором HCl до точно нейтральной реакции (оранжевое окрашивание). Следует обращать особенное внимание на доведение реакции до нейтральной.

К оттитрованной жидкости прибавляют 20 мл 40%-ного нейтрального по отношению к фенолфталеину и метилоранжу раствора хлористого кальция (реактив 38). Затем жидкость кипятят 2 мин.,

титруют свободным от углекислоты 0,1 N раствором едкого натрия до розового окрашивания, потом кипятят еще 2 мин., снова титруют, и так до тех пор, пока нагревание не даст розового окрашивания; тогда раствор охлаждают, прибавляют 2 капли 2%-ного раствора фенолфталеина и оттитровывают до ясно красного цвета. Если окраска в течение 10 мин. ослабнет, прибавляют еще несколько капель щелочи.

Количество миллилитров 0,1 N раствора щелочи, пошедшее на это титрование, умножают на 10, на 0,97 и на 0,0355 и получают P_2O_5 в процентах.

Сущность метода сводится к тому, что при титровании фосфорной кислоты едкой щелочью в присутствии метилоранжа розовая окраска этого индикатора переходит в желтую, когда первый Н-ион фосфорной кислоты насыщен. В этот момент фосфорная кислота в присутствии избытка хлористого кальция осаждается в виде триметального фосфорнокислого кальция, освобождая определенное, соответствующее H_3PO_4 количество HCl, которое титруется едким натрием в присутствии индикатора фенолфталеина.



1 NaOH соответствуют $1/2 PO_4$ или 1 P_2O_5 , откуда: 1 мл 0,1 N раствора NaOH соответствует 0,0355 г P_2O_5 или 0,0475 г PO_4 .

б) В неорганических и органических соединениях молока

Неорганический фосфор в молоке определяют в молочной сыворотке одним из описанных выше методов.

Для приготовления молочной сыворотки к 20 мл молока прибавляют 2 мл 20%-ного раствора уксусной кислоты, раствор немного нагревают и сыворотку отфильтровывают. Фильтр нагревают 20 мин. в кипящей водяной бане, отметив первоначальный уровень жидкости и подливая дестиллированную воду по мере испарения жидкости. После нагревания сыворотку отфильтровывают, известную часть ее озолот, как описано выше для молока, и определяют в ней фосфорную кислоту.

При расчете фосфорной кислоты в сыворотке и отнесении полученной цифры к молоку следует учесть количество полученной из молока сыворотки. Поэтому результаты анализа умножают на соотношение:

$$\frac{100 + a - ж - 3,2}{100},$$

где: а — количество (в мл) 20%-ной уксусной кислоты, прибавленной к 100 мл молока,

ж — процент жира в молоке,

3,2 — постоянная, выражающая приблизительное процентное содержание белковых веществ в молоке.

Зная количество фосфорной кислоты в молоке и количество ее в сыворотке (по расчету на объем молока), находят количество фосфорной кислоты в органических соединениях (казеине).

16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОЙ И ЛЕТУЧИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

а) Колориметрический метод Маршева (12)

Вначале определяют общую кислотность исследуемого молока (или другого жидкого молочного продукта) в градусах. Затем берут 1 мл молока, выливают в маленькую коническую колбу (пробирку) емкостью 15—25 мл. Набирают этой же пипеткой 2 раза по 1 мл дистиллированной воды, чтобы смыть приставшие к внутренней поверхности пипетки частицы молока, и сливают воду в ту же колбу. После этого в колбу прибавляют точно 0,8 мл 0,1 N раствора уксусной кислоты и столько миллилитров 0,1 N раствора молочной кислоты, чтобы общая кислотность жидкости составляла пересчитанную на 100 мл молока 265° . Для полного осаждения белков молока и продуктов их распада в колбу приливают 3 (или 4) мл 5%-ного водного раствора сулемы (HgCl_2), взбалтывают и фильтруют через маленький (диаметром 6 см) неплотный фильтр, собирая прозрачный (или едва опалесцирующий) фильтрат в другую маленькую колбу (пробирку). Первую колбу и осадок на фильтре 2 раза промывают последовательным приливанием по 1 мл 2%-ного водного раствора сулемы. К фильтрату (вместе с промывной жидкостью) прибавляют 1 каплю 2%-ного раствора фенолфталеина и из бюретки около 7,5 мл 0,1 N раствора NaOH. При этом буроватыми крупными хлопьями осаждается окись ртути, а жидкость над осадком окрашивается в едва заметный слабозеленый цвет (избегать избытка щелочи). Дают осадку осесть (около 2 мин.) и фильтруют жидкость через маленький фильтр (диаметром 6 см), собирая совершенно прозрачный фильтрат в пробирку, диаметр которой должен быть одинаков с диаметром (лучше всего 1,8 см) пробирок заранее приготовленного стандартного ряда (реактив 39). Промывают колбочку и фильтр 1—2 раза небольшими порциями (по 1 мл) дистиллированной воды. Небольшой избыток щелочи в фильтрате нейтрализуют несколькими каплями 0,05 N раствора HCl до исчезновения розового окрашивания. Затем приливают к прозрачному и бесцветному фильтрату 1 мл 5%-ного водного раствора хлорного железа ($\text{FeCl}_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), доливают дистиллированной водой до объема приблизительно в 20 мл, смешивают жидкость, нагревают пробирки 10 мин. на водяной бане, предварительно нагретой до 60° , сравнивают интенсивность окрашивания со стандартным рядом. Из найденного количества летучих жирных кислот вычитают количество уксусной кислоты (80 миллимолей) и получают окончательный результат в миллимолях на 1000 мл исследуемого вещества. По разности между общей кислотностью и летучей определяют количество молочной кислоты.

Метод пригоден для изучения динамики образования молочной и летучих кислот в бактериальных культурах.

Опыт показал, что лучше брать половинные количества указанных в методике реактивов и для исследования брать не 1,0, а 0,5 мл исследуемого вещества.

б) Метод серебряных солей

Для качественного и ориентировочного количественного определения летучих жирных кислот в молоке, главным образом кислом, применяется метод серебряных солей. Исследуемое молоко, если оно имеет осадок, отфильтровывают (при плохом фильтровании к жидкости прибавляют небольшое количество серной кислоты). Отмеренное количество фильтрата (около 100 мл) помещают в перегонную колбу емкостью 500 мл, прибавляют в нее дистиллированной воды до общего объема не менее 200 мл и столько серной кислоты, сколько надо для освобождения летучих кислот (приблизительно 5 мл 10%-ной кислоты). Перегонную колбу включают в общую систему перегонного аппарата (рис. 34) и производят отгонку

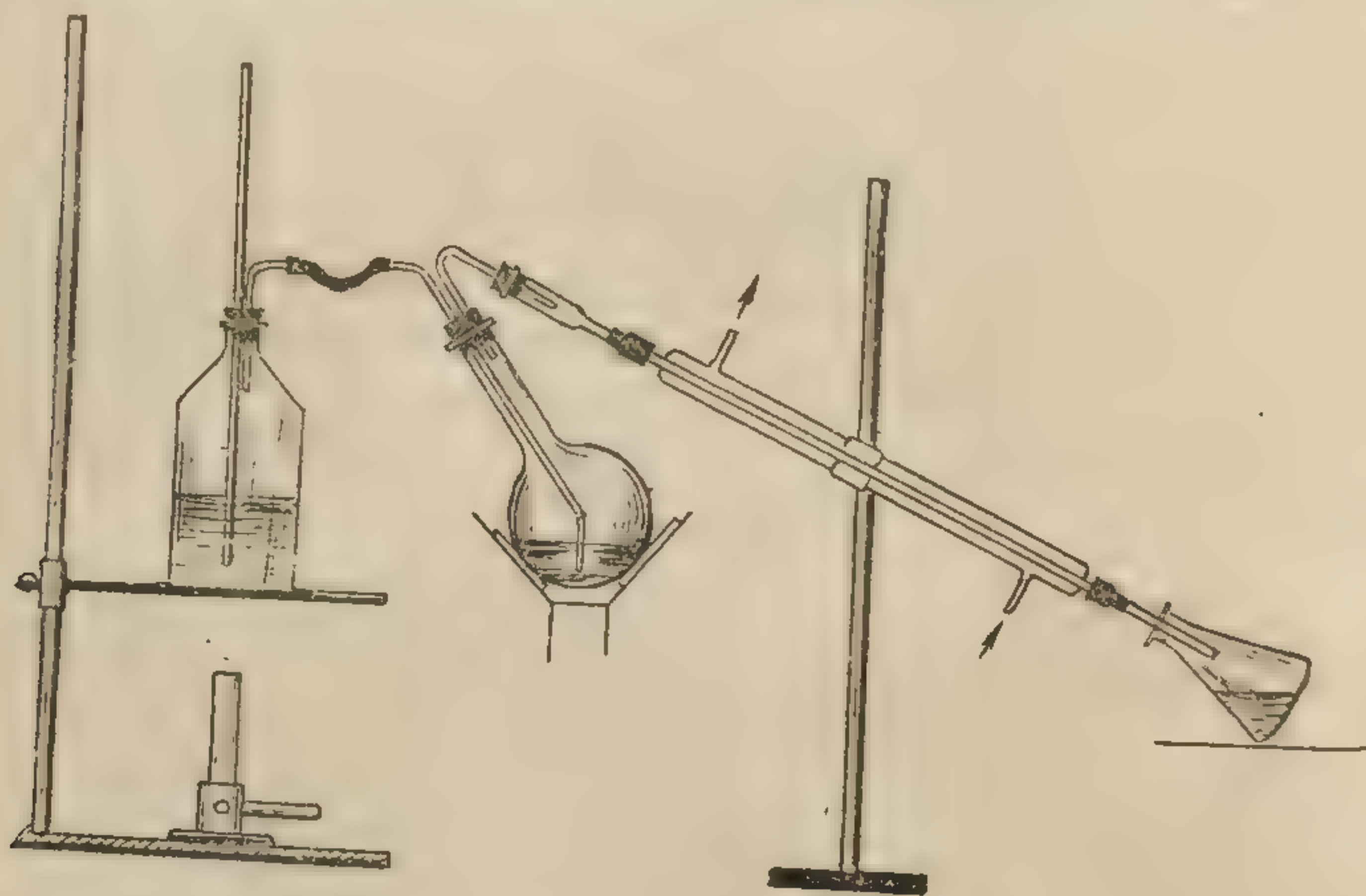


Рис. 34. Перегонка с водяным паром

летучих жирных кислот водяным паром так, чтобы объем жидкости в перегонной колбе не изменялся. Для этого под перегонную колбу подставляют горелку и, регулируя огонь, не дают пару из парообразователя охлаждаться в перегонной колбе и тем самым увеличить объем жидкости в ней. Перегонку жидкости продолжают до получения 1 л перегона.

Для образования пара берется водопроводная вода, но предварительно прокипяченная с серной кислотой для удаления углекислоты.

Полученный дистиллят титруется 0,1 N раствором баритовой воды (реактив 40), после чего его выпаривают с таким расчетом, чтобы на 100 мл 0,1 N раствора $\text{Ba}(\text{OH})_2$, пошедшего на титрование, оставалось около 15 мл жидкости. После выпаривания жидкость отфильтровывают через простой фильтр для удаления могущих быть следов BaCO_3 . Фильтр промывают 2 раза водой и фильтрат вместе

с промывными водами нейтрализуют 5%-ным раствором азотной кислоты при индикаторе фенолфталеина (3 капли 2%-ного раствора).

К нейтральному баритовому раствору прибавляют 2—3 мл раствора AgNO_3 . Полученный осадок отфильтровывают через беззольный фильтр, промывают осадок на фильтре 1 раз водой (5—10 мл), после чего к фильтрату прибавляют 2—3 мл того же раствора AgNO_3 . Выпавший при этом осадок отфильтровывают через новый беззольный фильтр, осадок промывают 1 раз водой, фильтрат снова осаждают 2—3 мл раствора AgNO_3 и т. д., пока не прекратится выпадение осадка от AgNO_3 .

Количество раствора AgNO_3 , прибавляемого отдельными порциями, нужно рассчитать так, чтобы число осажденных фракций было от 6 до 8. При ином числе фракций опыт повторяют, соответственно увеличивая или уменьшая количество раствора AgNO_3 для осаждения.

Полученные осадки на фильтрах освобождают от излишней влаги выжиманием между фильтровальной бумагой, сушат в эксикаторе над серной кислотой и взвешивают. После осторожного прокаливания определяют в каждой отдельной фракции процентное содержание серебра. По найденным числам, пользуясь табл. 6, определяют характер летучей кислоты каждой фракции, основываясь на процентном содержании серебра в осадке.

в) Метод разделения кислот

Точные результаты получаются, если в исследуемом веществе имеется одна какая-нибудь кислота или самое большое — две.

При наличии одной кислоты по этому методу можно определить ее как качественно, так и количественно. Если имеются две кислоты, то сначала определяют их качественно методом серебряных солей. При наличии смеси многих кислот разделяют кислоты на фракции с таким расчетом, чтобы в каждой фракции было не более двух кислот.

Таблица 6

Растворимость серебряных солей летучих жирных кислот и содержание в них серебра

Соли кислот	100 частей воды раство- ряют при 20°	Процент Ag
Серебряная соль уксусной кислоты	1,037 частей	64,67
„ „ пропионовой кислоты	0,836 „	59,67
„ „ масляной „	0,489 „	55,38
„ „ валериановой „	0,185 „	51,67
„ „ капроновой „	0,089 „	48,43
„ „ каприловой „	0,018 „	43,03

Если установлено, что в исследуемом растворе имеется одна кислота, то поступают следующим образом: определенный объем молока (200 мл), не фильтруя, помещают в дестилляционную колбу и, подкислив 10%-ным раствором серной кислоты, приступают к отгонке водяным паром (см. рис. 34).

Вначале пар пропускают через молоко, не подогревая непосредственно дестилляционную колбу во избежание пригорания молока. Затем перегонку ведут с нагреванием дестилляционной колбы, чтобы объем жидкости в ней не увеличивался от конденсации водяного пара.

Когда получится около литра дестиллята, его нейтрализуют с индикатором фенолфталеином (2%-ным раствором) известковой водой, отмечая количество щелочи, пошедшей на нейтрализацию. Нейтрализованный отгон выпаривают до объема меньшего 80 мл и к нему прибавляют 10%-ного раствора винной кислоты соответственно количеству щелочи, пошедшей на нейтрализацию. Раствор переносят в мерную колбу на 110 мл, а посуду, в которой был раствор, промывают 2 раза небольшими порциями воды, сливая ее в ту же мерную колбу. После охлаждения раствор доливают водой точно до метки (110 мл). Количество летучих кислот в этом растворе должно быть не более 2%.

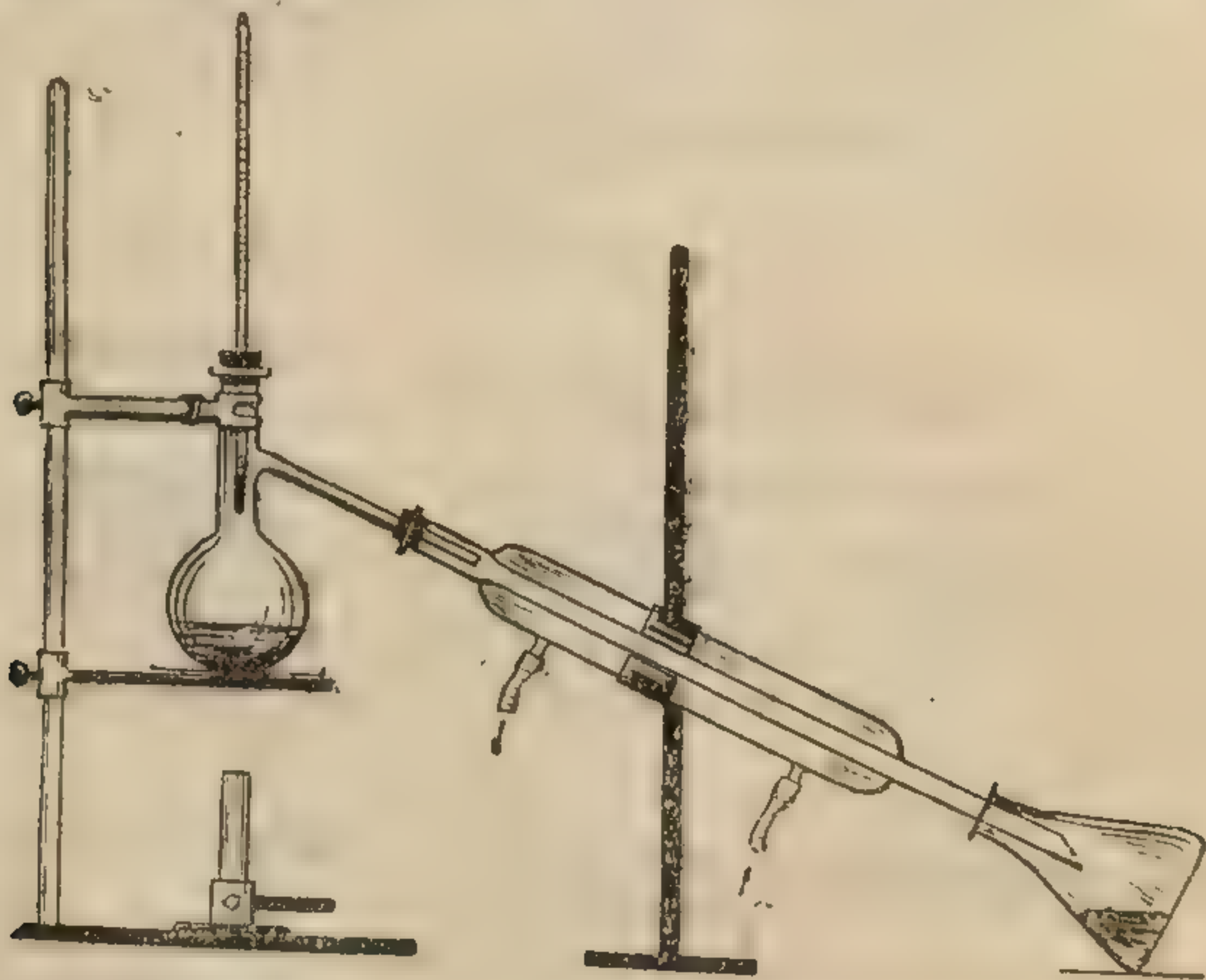


Рис. 35. Перегонный аппарат с холодильником Либиха

После суточного стояния раствор, прояснившийся от осевшего виннокислого кальция, переливают в дестилляционную колбу емкостью в 300 мл. Колбу на 110 мл ополаскивают 2 раза небольшими порциями воды, сливая их в дестилляционную колбу, в которую прибавляют несколько кусочков пемзы и 5—10 капель концентрированной серной кислоты. Раствор перегоняют. Дестилляционную колбу соединяют с холодильником (рис. 35) и жидкость перегоняют,

собирая отгон отдельными фракциями по 10 мл каждая в мерные цилиндры или колбочки. Стеклянная трубка, соединяющая перегонную колбу с холодильником, должна быть длиной 15 см при диаметре 0,6—0,7 см. Всего собирают 10 фракций, ведя перегонку с таким расчетом, чтобы она заняла 40—45 мин.

Каждая собранная фракция оттитровывается насыщенным раствором $\text{Ca}(\text{OH})_2$ при индикаторе 2%-ном растворе фенолфталеина. Титр $\text{Ca}(\text{OH})_2$ устанавливается по кислоте известного титра. Вместо $\text{Ca}(\text{OH})_2$ можно пользоваться также титрованным раствором едкого натрия.

Титрование фракций ведут следующим образом: первую фракцию переносят (без потерь) в колбу емкостью 200 мл, оттитровывают с индикатором фенолфталеином (2%-ный раствор) и записывают показание бюретки. В ту же колбу вносят вторую фракцию, оттитровывают, замечают показание бюретки, затем третью фракцию и т. д., пока не будут оттитрованы все 10 фракций. Таким образом определяют, помимо общей кислотности всех 10 фракций (100 мл отгона), еще нарастание кислотности после каждой фракции. Затем по количеству щелочи, пошедшей на титрование всех фракций (100 мл отгона) и последовательно на титрование 10, 20, 30 и т. д. миллилитров отгона, рассчитывают процентное отношение летучих кислот в отдельных фракциях отгона к общему количеству перегнанных кислот. Так, например, если количество щелочи, пошедшей на титрование 100 мл перегона, обозначим через a , на титрование трех первых фракций — через b , то процентное отношение летучих кислот трех первых фракций составит к общему количеству перегнанных кислот (в 100 мл отгона):

$$\frac{a - b}{100 - x} \cdot x = \frac{100 \cdot b}{a}.$$

Таким методом можно получить ряд цифр последовательно для всех 10 фракций. Если полученный ряд чисел сравнить с такими же цифрами, установленными для раствора чистых кислот (табл. 7), то можно определить, какая кислота имеется в исследуемом растворе. Такой вывод делают, основываясь на том, что при отгонке различные летучие кислоты переходят в отдельные фракции дестиллята в определенном соотношении.

Таблица 7
Процентное отношение летучих кислот в отдельных фракциях отгона к общему количеству перегнанных кислот (в 100 мл отгона)

Фракция отгона (в мл)	К и с л о т ы							
	муравьиная	уксусная	пропионовая	масляная	валериановая	изовалериановая	капроновая	изокaproновая
10	5,9	7,4	12,1	17,6	39,5	27,2	33,5	30,5
20	12,2	15,2	24,0	33,6	53,0	48,2	50,0	51,5
30	19,0	23,4	35,3	47,5	69,5	64,6	75,5	71,0

Фракция отгона (в мл)	К и с л о т ы							
	муравь- иная	уксус- ная	пропио- новая	масля- ная	валери- ановая	изова- лериан- новая	капро- новая	изока- проно- вая
40	26,4	32,0	46,2	60,0	81,0	76,9	86,0	83,2
50	34,4	40,9	56,8	70,6	88,5	85,3	92,5	90,8
60	43,2	50,5	66,7	79,5	93,5	91,7	96,5	95,1
70	52,8	60,9	76,2	86,5	96,5	95,6	97,5	97,0
80	64,6	71,9	85,0	92,5	98,3	97,9	98,4	98,4
90	79,6	84,4	93,0	97,0	99,5	99,5	99,6	99,6
100	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,9

Например, допустим, что в 30 и 40 мл отгона получили 35 и 46 % кислот. По табл. 7 находим, что наиболее близкие цифры к полученным для этих фракций имеет пропионовая кислота; следовательно, исследуемая кислота — пропионовая.

Установив таким образом, какая кислота имеется в исследуемом материале, и зная, сколько щелочи пошло для нейтрализации 100 мл отгона, определяют количество кислоты, умножая количество щелочи на соответствующий множитель (эквивалент летучих кислот). Определив количество кислоты в 100 мл отгона, по табл. 8 находят количество кислоты в первоначальных 110 мл раствора. Табл. 8 показывает, какое количество кислоты в процентах от общего количества ее в 110 мл перешло в отгон.

Таблица 8
Процентное отношение летучих кислот, переходящих в различные фракции отгона, к общему количеству кислоты в 110 мл раствора

Фракции отгона (в мл)	К и с л о т ы							
	муравь- иная	уксус- ная	пропио- новая	масля- ная	валери- ановая	изова- лериан- новая	капро- новая	изока- проно- вая
10	3,5	5,9	11,5	17,3	30,5	27,2	33,5	30,5
20	7,2	12,2	22,8	32,7	53,0	48,2	56,0	54,5
30	11,3	18,7	33,5	47,0	69,5	64,6	75,5	71,0
40	15,5	25,6	44,0	58,5	81,0	76,9	86,0	83,2
50	20,2	32,7	54,0	68,8	88,5	85,3	92,5	90,8
60	25,5	40,4	63,3	77,5	93,5	91,7	96,5	95,1
70	31,1	48,7	72,5	84,3	96,5	95,6	97,5	97,0
80	38,5	57,5	81,0	90,5	98,3	97,9	98,4	98,4
90	48,0	67,5	88,5	94,6	99,5	99,5	99,6	99,6
100	59,0	80,0	95,0	97,5	100,0	100,0	100,0	100,0

Пример. Количество уксусной кислоты в 100 мл отгона найдено равным a . В 100 мл отгона переходит только 80% указанной кислоты, следовательно (табл. 8), в 110 мл раствора уксусной кислоты (x) будет:

$$x = \frac{80 - a}{100 - x} \cdot \frac{a \cdot 100}{80}$$

Найденное количество содержится в 200 мл молока. Для определения процентного содержания делят x на 2 и умножают на 0,97.

Когда установлено, что в исследуемом веществе имеется смесь двух кислот, то для их количественного определения поступают следующим образом: после получения, как указано выше, ряда чисел, представляющих процентные отношения между количеством щелочи, пошедшей на нейтрализацию кислот в 100 мл отгона и для различных фракций определяют отношение между собой кислот, находящихся в смеси.

При смеси двух кислот в эквивалентных количествах ряд чисел, получаемых описанным образом, представляет собой среднее арифметическое рядов обеих содержащихся в смеси кислот.

Если одна кислота находится в большем количестве, чем другая, то ряд чисел смеси кислот лежит ближе к ряду чисел преобладающей кислоты.

Сначала определяют разность между числами каждой фракции полученного ряда чисел смеси кислот и рядами чисел для чистых кислот. Для расчета берут числа, соответствующие третьей, четвертой, пятой, шестой, седьмой фракциям, так как числа остальных фракций имеют меньшую точность и обычно не учитываются. Разности от каждой фракции суммируют и находят среднюю разность для всех пяти фракций.

Так, например пусть установлено качественным методом, что в смеси имеются пропионовая и масляная кислоты и что третья фракция отгона дает с числом для пропионовой кислоты разность a_1 и с числом для масляной кислоты — разность a_2 . Найдя разности для каждой фракции (для четвертой фракции b_1 и b_2 и т. д.), выводят среднюю арифметическую разность для всех отгонов (третья—седьмая фракции) для пропионовой и масляной кислот.

Запись примет примерно такой вид (табл. 9):

Таблица 9

		Ф р а к ц и и					Среднее арифметическое
		3-я	4-я	5-я	6-я	7-я	
Разность между числами кислот и числами исследу- емой смеси кис- лот	пропионовой кислоты	a_1	b_1	c_1	d_1	e_1	$\frac{a_1 + b_1 + c_1 + d_1}{4} = x_1$
	масляной кислоты	a_2	b_2	c_2	d_2	e_2	$\frac{a_2 + b_2 + c_2 + d_2}{4} = x_2$

где x_1 и x_2 представляют среднюю разность для всех отгонов исследуемой смеси кислот с числами для чистых кислот (пропионовой и масляной).

Предположим, что x_1 (для пропионовой кислоты) равняется 17,4, а x_2 (для масляной кислоты) 10,6. В этом случае цифра смеси кислот будет находиться ближе к цифре чистой масляной кислоты; следо-

вательно, этой кислоты будет больше во столько раз, во сколько 17,4 больше 10,6:

$$\frac{17,4}{10,6} = 1,6.$$

Найденное отношение показывает, что в отгоне на каждые 10 частей пропионовой кислоты приходится 16 частей масляной кислоты, что в сумме составляет 26 частей. Следовательно, $\frac{10}{26}$ всей смешанной кислоты приходится на долю пропионовой, $\frac{16}{26}$ — на долю масляной кислоты.

Если для нейтрализации отгона потребовалось A мл щелочи, то $\frac{10}{26}$ этого количества приходится на нейтрализацию пропионовой кислоты и $\frac{16}{26}$ на масляную кислоту, т. е. $\frac{A \cdot 10}{26}$ мл щелочи пошло на пропионовую кислоту и $\frac{A \cdot 16}{26}$ мл щелочи — на масляную.

Зная, сколько потребовалось щелочи для нейтрализации каждой кислоты в отдельности в 100 мл отгона, определяют, сколько потребуется щелочи для нейтрализации данных кислот по отдельности в 110 мл жидкости. Для этого пользуются табл. 8, где указано, какой процент кислоты пересогоняется при получении 100 мл отгона.

Например, если для нейтрализации пропионовой кислоты в 100 мл отгона пошло $\frac{A \cdot 10}{26}$ мл щелочи, то, умножив на $\frac{100}{95}$, узнают, сколько потребовалось бы щелочи для нейтрализации данной кислоты в 110 мл. Так же вычисляют и для другой кислоты, беря соответствующий множитель. Рассчитав количество щелочи, отвечающее данным кислотам, определяют весовое количество каждой кислоты.

Если установлено, что в смеси имеется несколько кислот, то начинают с того, что разделяют смесь на фракции, чтобы в каждой фракции было не больше двух кислот. Это разделение смеси на фракции производится, основываясь на различной растворимости серебряных солей.

17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ОСТАТКА МОЛОКА

а) Весовой метод

В стеклянную бюксу помещают около 20—30 г чистого прокаленного песка и короткую стеклянную палочку. Бюксу ставят в сушильный шкаф при температуре 102—105° на полчаса, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

Во взвешенную бюксу наливают около 10 мл молока и тотчас закрывают крышкой, вновь взвешивают и по разности весов вычисляют навеску (рис. 36).

Налитое в бюксу молоко выпаривают на водяной бане, тщательно стеклянной палочкой перемешивая его с песком до получения рассыпающейся массы.

После эт
предварительн
Поддержива
ляют бюксу
Затем закр

на 25—30
ный шка
вают.

Если
нием не
этом взв
бюксу по
жают до
Проце

где: х —
а —
б —
в —

1) Из

* Основ
молока

После этого открытую бюксу помещают в сушильный шкаф, предварительно хорошо еще раз перемешав всю массу с песком. Поддерживая в сушильном шкафу температуру 102—105°, оставляют бюксу в сушильном шкафу при указанной температуре 2 часа. Затем закрывают крышкой и ставят для охлаждения в эксикатор

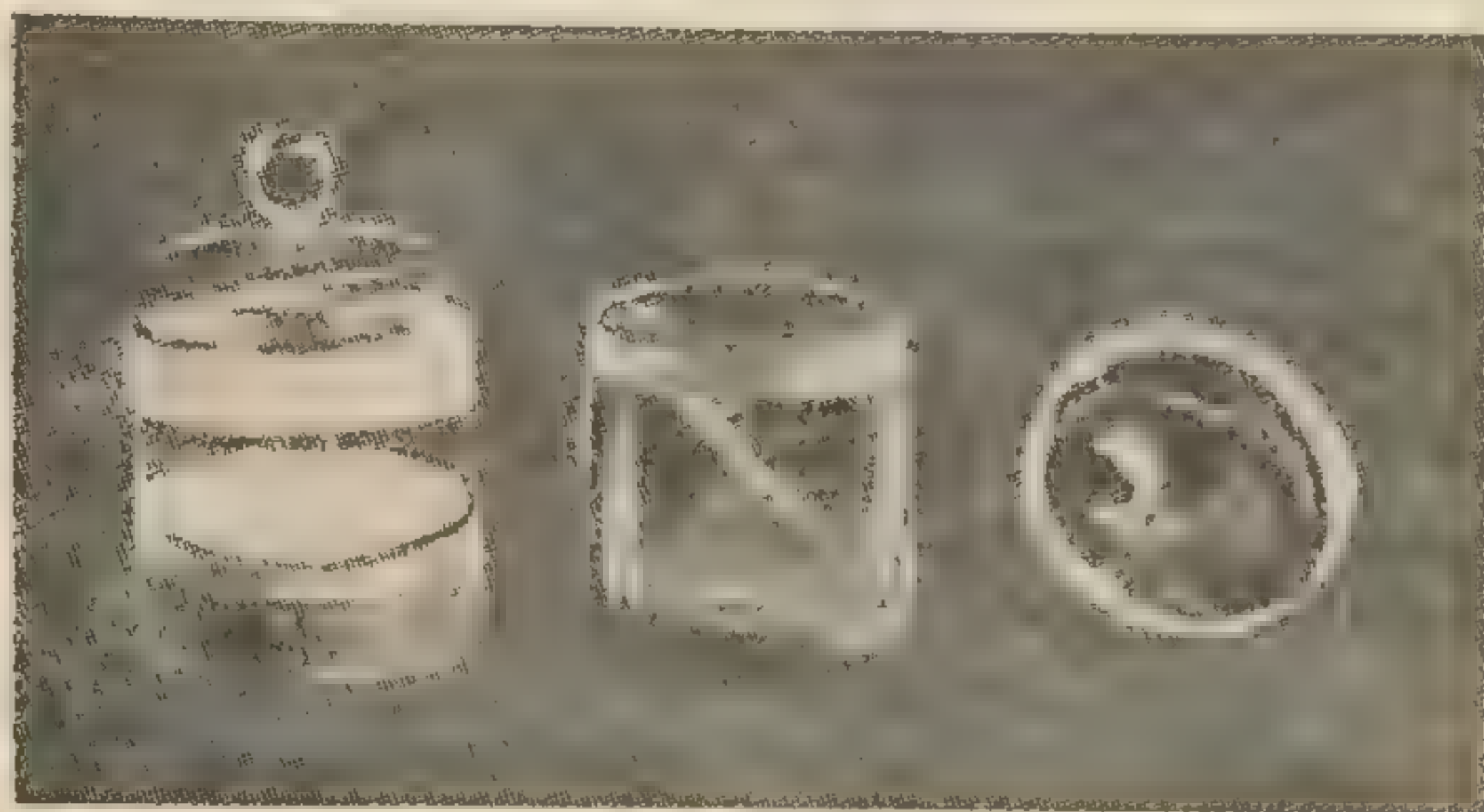


Рис. 36. Бюксы с молоком и песком

на 25—30 мин., взвешивают и вторично ставят открытой в сушильный шкаф на час, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Если убыль в весе между последним и предыдущим взвешиванием не превышает 0,004 г или наблюдается прибавка в весе, то на этом взвешивание заканчивается. Если же убыль превышает 0,004 г, бюксу помещают снова в сушильный шкаф и высушивание продолжают до указанной разницы в весах двух последних взвешиваний.

Процентное содержание сухого остатка находят по формуле:

$$x = 100 - \frac{b - a}{v} \cdot 100,$$

где: x — процентное содержание сухого остатка молока,
 a — вес бюксы с песком и палочкой,
 b — вес бюксы с молоком после высушивания,
 v — навеска молока.

б) Расчетный метод (по формулам):

1) Измененная формула Фаррингтона*.

$$C = 1,2 \text{ Ж} + \frac{Д}{4} + 0,5$$

* Основная формула была составлена, исходя из величины удельного веса молока при 15°/15°; настоящая формула составлена с учетом плотности при 20°/4°.

или:

$$C = \frac{4,8 \cdot Ж + Д}{4} + 0,5,$$

где: С — процент сухого остатка в молоке,

Ж — показание бутирометра

Д — плотность молока (в градусах дактоденсиметра) при 20°/4°,

0,5 — поправочное слагаемое на разницу определения сухого остатка молока по удельному весу при 15°/15° и по плотности при 20°/4°.

2) Измененная формула Флейшмана.

$$C = 1,2 Ж + 2,665 \cdot \frac{100 \cdot П - 100}{П} + 0,5,$$

где: С — процент сухого остатка молока,

Ж — показание бутирометра,

П — плотность молока при 20°/4°.

Подставив вместо Ж и П их величины и произведя указанные действия, получим величину сухого остатка (С). Вместо произведения всех действий по формуле пользуются для расчета готовыми таблицами, исходя из того, что формула состоит из трех слагаемых: первого — $1,2 \cdot Ж$, второго — $2,665 \cdot \frac{100 \cdot П - 100}{П}$ и третьего 0,5.

По табл. 10 и 11 находят первые два слагаемые: табл. 10 дает первое слагаемое, произведение 1,2 на процент жира; табл. 11 — второе слагаемое, произведение $2,665 \cdot \frac{100П - 100}{П}$.

Третье слагаемое — величина постоянная, — поправочное слагаемое на разницу определения сухого остатка молока по удельному весу 15°/15° и по плотности при 20°/4°.

Пример. Молоко имеет жирность 4,0 и плотность 1,029 (или 29° ареометра). Процентное содержание сухого остатка молока вычисляется следующим образом: находим в табл. 10 показание бутирометра 4 и записываем рядом с ним произведение первого слагаемого 4,800; в табл. 11 — цифру плотности 1,029 и рядом с ней готовое вычисление второго слагаемого — 7,511.

Складываем эти два слагаемых и третье 0,5, получаем: $4,800 + 7,511 + 0,5 = 12,811$ — процентное содержание сухого остатка молока.

18. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ОБЕЗЖИРЕННОГО ОСТАТКА МОЛОКА

Сухой обезжиренный остаток молока вычисляют вычитанием процента жира молока из процента сухого остатка.

Показание
бутирометра?

2,70
1
2
3
4
5
6
7
8
9
2,80
1
2
3
4
5
6
7
8
9
2,90
1
2
3
4
5
6
7
8
9
3,00
1
2
3
4
5
6
7
8
9
3,10
1
2
3
4
5
6

Таблица 10

Первое слагаемое формулы Флейшмана (1,2 · Ж)

Показание бутирометра	Первое слагаемое	Показание бутирометра	Первое слагаемое	Показание бутирометра	Первое слагаемое
2,70	3,240	3,17	3,804	3,66	4,392
1	3,252	8	3,816	67	4,404
2	3,264	9	3,828	68	4,416
3	3,276	3,20	3,840	69	4,428
4	3,288	1	3,852	3,70	4,440
5	3,300	2	3,864	71	4,452
6	3,312	3	3,876	72	4,464
7	3,324	4	3,888	73	4,476
8	3,336	5	3,900	74	4,488
9	3,348	6	3,912	75	4,500
2,80	3,360	7	3,924	76	4,512
1	3,372	8	3,936	77	4,524
2	3,384	9	3,948	78	4,536
3	3,396	3,30	3,960	79	4,548
4	3,408	31	3,972	3,80	4,560
5	3,420	32	3,984	81	4,572
6	3,432	33	3,996	82	4,584
7	3,444	34	4,008	83	4,596
8	3,456	35	4,020	84	4,608
9	3,468	36	4,032	85	4,620
2,90	3,480	37	4,044	86	4,632
1	3,492	38	4,056	87	4,644
2	3,504	39	4,068	88	4,656
3	3,516	3,40	4,080	89	4,668
4	3,528	41	4,092	3,90	4,680
5	3,540	42	4,104	91	4,692
6	3,552	43	4,116	92	4,704
7	3,564	44	4,128	93	4,716
8	3,576	45	4,140	94	4,728
9	3,588	46	4,152	95	4,740
3,00	3,600	47	4,164	96	4,752
1	3,612	48	4,176	97	4,764
2	3,624	49	4,188	98	4,776
3	3,636	3,50	4,200	99	4,788
4	3,648	51	4,212	4,00	4,800
5	3,660	52	4,224	01	4,812
6	3,672	53	4,236	02	4,824
7	3,684	54	4,248	03	4,836
8	3,696	55	4,260	04	4,848
9	3,708	56	4,272	05	4,860
3,10	3,720	57	4,284	06	4,872
1	3,732	58	4,296	07	4,884
2	3,744	59	4,308	08	4,896
3	3,756	3,60	4,320	09	4,908
4	3,768	61	4,332	4,10	4,920
5	3,780	62	4,344	11	4,932
6	3,792	63	4,356	12	4,944
		64	4,368	13	4,956
		65	4,380	14	4,968

Продолжение табл. 10

Показание бутирометра	Первое слагаемое	Показание бутирометра	Первое слагаемое	Показание бутирометра	Первое слагаемое
4,15	4,980	4,35	5,220	4,55	5,460
16	4,992	36	5,232	56	5,472
17	5,004	37	5,244	57	5,484
18	5,016	38	5,256	58	5,496
19	5,028	39	5,268	59	5,508
4,20	5,540	4,40	5,280	4,60	5,520
21	5,052	41	5,292	61	5,532
22	5,064	42	5,304	62	5,544
23	5,076	43	5,316	63	5,556
24	5,088	44	5,328	64	5,568
25	5,100	45	5,340	65	5,580
26	5,112	46	5,352	66	5,592
27	5,124	47	5,364	67	5,604
28	5,136	48	5,376	68	5,616
29	5,148	49	5,388	69	5,628
4,30	5,160	4,50	5,400	4,70	5,640
31	5,172	51	5,412		
32	5,184	52	5,424		
33	5,196	53	5,436		
34	5,208	54	5,448		

Таблица 11

Второе слагаемое формулы Флейшмана $2,665 \frac{100 \cdot П - 100}{П}$

Плотность молока в градусах ареометра *	Второе слагаемое	Плотность молока в градусах ареометра	Второе слагаемое	Плотность молока в градусах ареометра	Второе слагаемое
26,0	6,753	5	7,132		
1	6,779	6	7,158	29,0	7,511
2	6,804	7	7,183	1	7,536
3	6,829	8	7,203	2	7,561
4	6,855	9	7,234	3	7,586
5	6,880	28,0	7,259	4	7,611
6	6,905	1	7,284	5	7,636
7	6,930	2	7,303	6	7,662
8	6,956	3	7,334	7	7,687
9	6,981	4	7,360	8	7,712
27,0	7,006	5	7,385	9	7,737
1	7,032	6	7,410	30,0	7,762
2	7,057	7	7,435	1	7,787
3	7,082	8	7,460	2	7,812
4	7,107	9	7,485	3	7,837
				4	7,863

* Для удобства нахождения чисел в таблице плотность показана в градусах шкалы молочного ареометра.

Плотность
молока
в градусах
ареометра

30,5

6

7

8

9

31,0

1

2

3

4

5

6

7

8

9

19. ОПР

Содерж
вычитание
жира и ка

20 мл
50 мл 0,1
кипятят
приливают
превраще
остаток
при инди
вого окр
створа
сти золь
жить на
молока.

10 м
скую к
3 капл

Продолжение табл. 11

Плотность молока в градусах ареометра	Второе слагаемое	Плотность молока в градусах ареометра	Второе слагаемое	Плотность молока в градусах ареометра	Второе слагаемое
30,5	7,888	32,0	8,264	33,5	8,638
6	7,913	1	8,289	6	8,663
7	7,938	2	8,314	7	8,688
8	7,963	3	8,339	8	8,713
9	7,988	4	8,364	9	8,738
31,0	8,013	5	8,389	34,0	8,763
1	8,038	6	8,414	1	8,788
2	8,063	7	8,439	2	8,813
3	8,088	8	8,464	3	8,838
4	8,113	9	8,489	4	8,863
5	8,138	33,0	8,514	5	8,888
6	8,163	1	8,539	6	8,912
7	8,188	2	8,563	7	8,937
8	8,213	3	8,588	8	8,962
9	8,238	4	8,613	9	8,987

19. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМЫХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ МОЛОКА

Содержание растворимых составных частей молока получается вычитанием из общего количества сухого остатка молока процента жира и казеина.

20. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ ЗОЛЫ

20 мл молока озоляют обычным способом. Зола обрабатывают 50 мл 0,1 N раствора соляной кислоты и непродолжительное время кипятят для удаления углекислоты. После охлаждения раствора приливают к нему 30 мл 40%-ного раствора хлористого кальция для превращения двуметаллических фосфатов в трехметаллические и остаток кислоты обратно титруют 0,1 N раствором едкого натрия при индикаторе фенолфталеине (0,5 мл 2%-ного раствора) до розового окрашивания. Разность между числом миллилитров 0,1 N раствора щелочи, пошедших на нейтрализацию, дает цифру щелочности золы для 20 мл молока; поэтому полученную цифру нужно умножить на 5 и 0,97, чтобы иметь результаты, отнесенные к 100 г молока.

21. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

а) Градусы кислотности

1) Метод титрования 0,1 N щелочью

10 мл молока отмеривают в небольшой стаканчик или коническую колбу, разбавляют 20 мл дистиллированной воды, прибавляют 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Смесь тща-

тельно взбалтывают и титруют водным раствором едкого натра (или калия), все время взбалтывая до исчезновения в течение 1 мин. розового окрашивания. Для титрования пользуются обыкновенной бюреткой или специальным титровальным приспособлением для определения кислотности (рис. 37).



Рис. 37. Столик для титрования

Количество щелочи, затраченной на нейтрализацию 10 мл молока, умножают на 10, так как градусы кислотности показывают количество 0,1 N раствора щелочи, пошедшей на нейтрализацию 100 мл молока.

Можно для сокращения расхода материала взять 5 мл молока и соответственно уменьшить в 2 раза количество воды и фенолфталеина. В этом случае количество пошедшей щелочи нужно умножить не на 10, а на 20. При отсутствии дистиллированной воды допустимо в практических условиях титрование без добавления воды, но тогда показания в градусах кислотности необходимо уменьшить на величину 2 при любом градусе кислотности.

Вместо 0,1 N раствора NaOH Попов [14] предлагает вести титрование гидратом кальция, что представляет известную практическую ценность, так как раствор гидрата окиси кальция легко приготовить в заводской лаборатории.

В этом случае отмеривают 2 мл молока в небольшой химический стакан, прибавляют 2 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,025 N раствором $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (реактив 41) до появления заметно розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

0,1 мл 0,025 N раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$ при титровании 2 мл молока соответствует 1 градусу кислотности. Такое соотношение при титровании $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и NaOH правильно при кислотности молока не выше 26°. Для молока с кислотностью выше 26° при расчете известкового раствора пользуются табл. 12.

Вместо 2 мл молока можно для большей точности брать 20 мл молока, тогда каждый миллилитр пошедшего на титрование раствора будет соответствовать 1°. При взятии для определения кислотности 10 или 5 мл молока пошедшее количество миллилитров щелочи умножают на 2 или 4.

Таблица 12
на нейтрализацию

Количество
десятих
долей
 $\text{Ca}(\text{OH})_2$

26
28
30
32
34
36
38
40
42
44

Суш
кратным
молока. Т
количество
которые д
прибавлен
фосфата,
понижени
вый фосф

Пони
молока
в зависи
на вели
нокисль

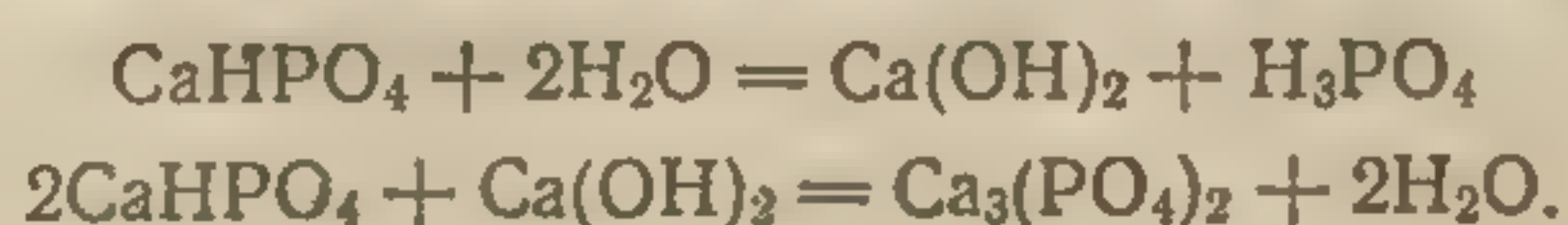
Влия
кислотн
при кот
При
благод
количес
титрова

Таблица 12

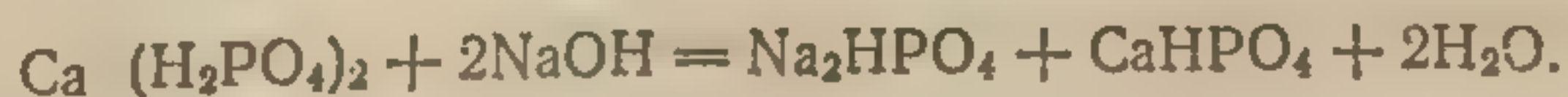
Таблица перевода количества десятых долей 0,025N раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$ пошедших на нейтрализацию 2 мл молока в градусы кислотности (при кислотности молока выше 26°)

Количество десятых долей мл $\text{Ca}(\text{OH})_2$	Градусы кислотности	Количество десятых долей мл $\text{Ca}(\text{OH})_2$	Градусы кислотности	Количество десятых долей мл $\text{Ca}(\text{OH})_2$	Градусы кислотности
26	26	46	51	66	76
28	28,5	48	53,5	68	78,5
30	31,0	50	56	70	81
32	33,5	52	58,5	72	83,5
34	36,0	54	61,0	74	86
36	38,5	56	63,5	76	88,5
38	41,0	58	66	78	91
40	43,5	60	68,5	80	93,5
42	46,0	62	71,0	82	96
44	48,5	64	73,5	84	98,5

Сущность метода. Молоко титруют 0,1 N раствором щелочи с двукратным разбавлением водою, чтобы отчетливее уловить момент нейтрализации молока. Титрование молока 0,1 N раствором щелочи с добавлением двойного количества воды не дает точных цифр кислотности. Они несколько ниже тех, которые должны были бы быть для данного молока. Это объясняется тем, что от прибавления воды к молоку повышается растворимость щелочного трехкальциевого фосфата, отчего кислотность в градусах оказывается несколько пониженной. На понижение градуса кислотности молока влияет также и двузамещенный кальциевый фосфат, который переходит в трехкальциевый, выделяя фосфорную кислоту:

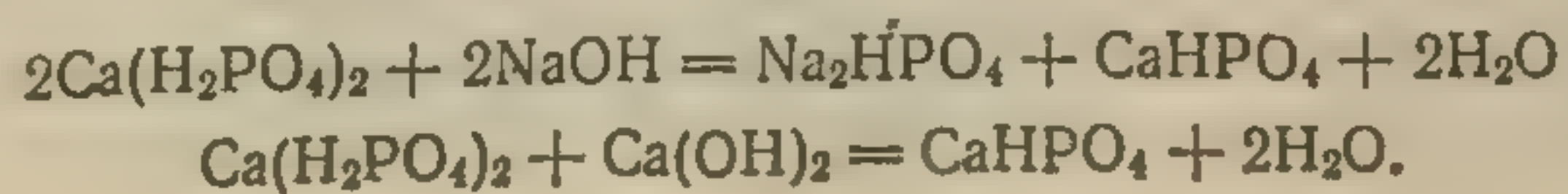


Понижение градуса кислотности по указанным причинам для 100 мл молока составляет приблизительно около 2°, хотя эта цифра изменяется в зависимости от количества фосфатов в молоке. Последнее сказывается также на величине кислотности, так как NaOH реагирует с двукальциевыми фосфорнокислыми солями:

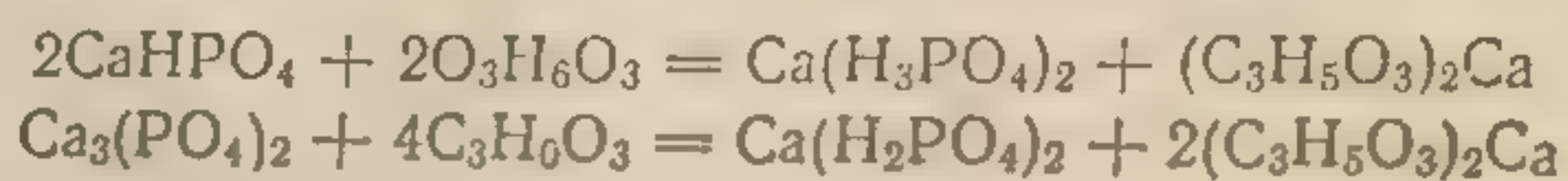


Влиянием разбавления молока водой объясняется и несоответствие градусов кислотности и кислотности с 0,25 N щелочью (при переводе на 0,1 N щелочь), при котором вода в молоко не добавляется.

Применение $\text{Ca}(\text{OH})_2$ вместо NaOH вызывает иное расходование щелочи благодаря тому, что для нейтрализации одного и того же молока эквивалентные количества растворов NaOH и $\text{Ca}(\text{OH})_2$ дадут неодинаковый результат при титровании, согласно химическим уравнениям:



Как видно из приведенных уравнений, при титровании $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ едким натрием образуется двузамещенный натриевый фосфат, щелочно реагирующий на фенолфталеин, тогда как двузамещенный кальциевый фосфат реагирует с тем же индикатором нейтрально. Таким образом, хотя титрование $\text{Ca}(\text{OH})_2$ молока дает более правильные цифры, чем титрование NaOH , вместе с тем полного соответствия при титровании молока между количеством миллилитров NaOH и $\text{Ca}(\text{OH})_2$ не получается. Поэтому для выражения кислотности при титровании $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в градусах кислотности приходится пользоваться переводными коэффициентами. Соотношение между цифрами титрования 0,1N раствором NaOH и 0,025 N раствором $\text{Ca}(\text{OH})_2$ при кислотности молока не выше 26° соответствует: 0,1 мл $\text{Ca}(\text{OH})_2$ одному градусу кислотности, а при кислотности молока выше 26° соотношение меняется (табл. 12). Последнее объясняется тем, что при повышении кислотности молока образующаяся молочная кислота вступает в реакцию с дву- и трехзамещенными кальциевыми фосфатами, давая монокальциевые фосфорнокислые соли, которые титруются иначе, чем дву- и трехзамещенные:



Градусы кислотности молока характеризуют пробы молока следующим образом (табл. 13):

Таблица 13

Оценка молока по кислотности	
Градусы кислотности	Оценка молока (примерная)
16,0—19,0	Нормальное, вполне свежее молоко
Ниже 16,0	Щелочное или разбавленное водой
Выше 21,0	Кисловатое
• 25,0	Кислое, непригодное для сыров
• 27,0	Свертывающееся при нагревании
Свыше 60,0	Закисшее, свертывающееся само собой

2) Метод титрования 0,25 N щелочью

Отмеривают 50 мл молока в небольшой химический стакан, смешивают с 1 мл 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,25 N раствором едкого натрия (или калия), все время размешивая до не исчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания.

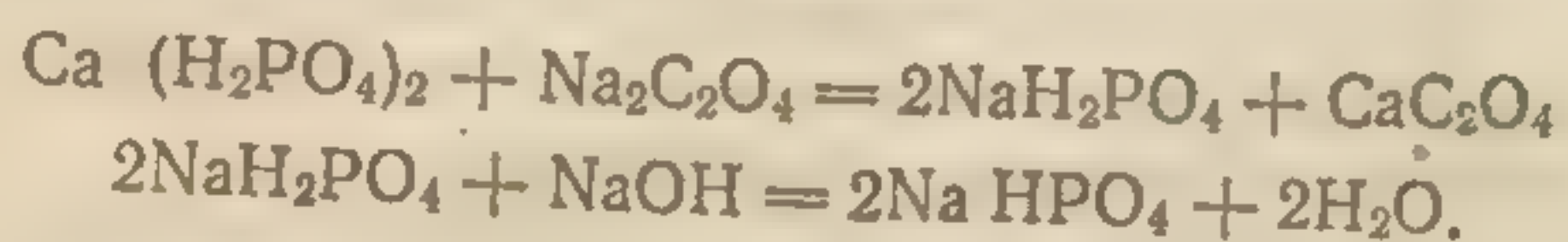
Количество щелочи, пошедшей на нейтрализацию 50 мл молока, умножают на 2.

3) Метод титрования со щавелевокислыми солями

К 50 мл молока в конической колбе прибавляют 25 мл воды, 1 мл насыщенного нейтрального раствора среднего щавелевокислого калия или натрия и 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина. Затем

смесь титруют 0,1 N раствором NaOH до не исчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания. Количество миллилитров щелочи, пошедшей на нейтрализацию, умножают на 2.

Сущность метода. Прибавление к молоку насыщенного раствора щавелевокислого калия (или натрия) вызывает значительное понижение градуса кислотности, так как образующийся при этом щавелевокислый кальций выпадает в осадок. Таким образом, на титруемую кислотность не влияет монокальциевый фосфат, всегда находящийся в молоке:



Кроме того, образующийся при этой реакции моносодовый фосфат при титровании NaOH, переходящий в двузамещенный, реагирует с фенолфталеином, как щелочь, поэтому на титрование молока идет меньшее количество едкого натрия.

Уменьшение кислотности будет тем значительнее, чем больше в молоке фосфорнокислого кальция, благодаря чему метод титрования со щавелевокислыми солями служит некоторым показателем содержания в молоке фосфорнокислых солей, что иногда важно при сравнении отдельных образцов молока.

4) Градусы предельной кислотности

При массовых исследованиях молока на предприятиях часто нет надобности определять градус кислотности, а достаточно знать, имеет ли молоко кислотность выше или ниже допустимой нормы для данного производства. В этом случае применяют метод отбора молока с градусом кислотности, удовлетворяющим предъявляемому требованию.

Для отбора молока с определенным предельным градусом кислотности поступают следующим образом. Берут пробирки емкостью 20—25 мл и отмеривают в них 10 мл дистиллированной воды, 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина 0,1 N раствора щелочи (реактив 10). Количество 0,1 N раствора щелочи зависит от предела кислотности, с которым допускается молоко. При пределе кислотности молока —

16 °	приливают	0,8 мл	0,1 N	раствора	щелочи
18 "	"	0,9 "	"	"	"
20 "	"	1,0 "	"	"	"
22 "	"	1,1 "	"	"	"

Приготовленные таким образом растворы щелочи (окрашенные в красный цвет) смешивают с 5 мл исследуемого молока. Если кислотность молока выше предела, на который рассчитан приготовленный раствор щелочи, жидкость обесцвечивается, при кислотности молока ниже предела жидкость остается окрашенной в розовый цвет.

Такое исследование молока удобно производить на приемке, беря пробы из каждой фляги, подготовив предварительно соответствующее количество пробирок со щелочью.

При отсутствии на заводе дистиллированной воды можно разбавление щелочи вести конденсатом из паровой машины, растопленным снегом или чистой прокипяченной дождевой водой. В крайнем случае можно 0,1 N раствор щелочи не разбавлять водой, но тогда количество щелочи увеличивают на 0,1 мл, т. е. для кислотности молока в 20° берут 1,1 мл 0,1 N раствора щелочи.

Щелочь можно готовить не точно 0,1 N; в этом случае ее необходимо проверить титрованным раствором кислоты, после чего рассчитать, сколько щелочи принять для нейтрализации 5 мл молока с кислотностью в 20° или какой-либо иной.

Можно раствор щелочи приготовить из водной вытяжки древесной золы (реактив 43). Иногда вместо 5 мл отмеривают 10 мл молока, — тогда и количество щелочи берут соответственно в 2 раза больше. В некоторых случаях готовят 0,01 N раствор щелочи с фенолфталеином, тогда просто к 10 мл его прибавляют 5 мл молока.

б) Определение «активной» кислотности (концентрации водородных ионов)

1) Колориметрические методы

Колориметрические методы основаны на том, что целый ряд веществ (индикаторов) меняет свою окраску в зависимости от концентрации водородных ионов. Следовательно, зная окраску вещества при известных концентрациях водородных ионов, определяют величину рН в исследуемой жидкости, вводя в нее индикатор.

Непосредственно в молоке

На белую фарфоровую пластинку с рядом углублений (пластинка для смешения красок) или в маленькие плоские фарфоровые чашечки вносят по 5 капель исследуемого молока или сыворотки, затем добавляют по 1 капле приготовленных индикаторов (реактив 44) в такой последовательности: в первое углубление — бромфенол-блау во второе — метилрот, в третье — бромкрезолпурпур, а четвертое — бромтимолблау и в пятое — фенолрот.

Наблюдая получившиеся окраски и, пользуясь табл. 14, определяют величину рН. Например, если от первого индикатора молоко окрасится в синевато-фиолетовый цвет, а от второго в красновато-оранжевый, то значит рН молока будет около 5.

Таблица составлена для определения рН с точностью до 0,5 рН, однако при навыке можно отличать переходные цвета и уточнять отсчеты до 0,2 величины рН.

Метод этот дает удовлетворительные результаты для проб сильно отличающихся по концентрации водородных ионов, и менее хорошие результаты для проб с близкими рН. Одно из главных условий пользования этим методом — навык работающего в улавливании получающихся цветов и оттенков. Рекомендуется цифры, полученные

Индикаторная шкала

pH	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0

Таблица 14

Индикаторная шкала

pH Индикаторы	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0
Бромфенолблау .	←	жел- тый	фиолето- во-ко- ричневый	фиолето- вый	коричне- вый	фиолето- во-синий	синий	→				
Метилрот	←	крас- ный	красный	красно- коричне- вый	красно- фиолето- вый	красно- оранже- вый	оранже- вый	оранже- во-жел- тый	светло- желтый	→		
Бромкрезолпур- пур					←	грязно- желтый	желто- коричне- вый	коричне- во-фио- летовый	темно- фиолето- вый	фиолето- вый	→	
Бромтимолблау .						←	желтый желтый	зеленый желтый	желтый зеленый	зеленый синий	синий	тем- носи- ний
Фенолрот								←	бледно- желтый	розовый	крас- ный	→

этим способом, для проверки время от времени сопоставлять с цифрами, полученными другими методами.

Для определения кислотности молока ВНИМИ предложена индикаторная бумажка, на которой краской нанесены полоски. Цвет полосок желтый или зеленовато-желтый. При определении кислотности индикаторную бумажку опускают на 1—2 сек. в молоко, затем вынимают, снимая излишек молока о край сосуда.

Цвет индикаторной полоски на смоченной молоком бумажке сравнивают с цветом полосок на эталоне. По цвету полоски на шкале, близко совпадающему с цветом индикаторной полоски, определяют кислотность молока.

Определение кислотности индикаторной бумажкой производится только при дневном свете.

В молочной сыворотке

Этим методом pH определяют не в молоке, а в молочной сыворотке. Между показаниями величины pH в молоке и в сыворотке разницы нет.

Сыворотку получают из молока, прибавляя в него для осаждения белков раствор хлористого кальция или сычужного фермента.

В первом случае к 50 мл молока прибавляют около 2 мл 4%-ного раствора хлористого кальция и подогревают до температуры 50—60°; осевший белок отфильтровывают. Если осаждения белка не происходит, прибавляют еще 1 мл CaCl_2 .

Выделение сыворотки сычужным ферментом ведут в молоке, нагретом до 40°. После образования сгустка его разбивают стеклянной палочкой (до зерен величиной с горох), оставляют на 5 мин. в покое, после чего фильтруют.

Разбавление сыворотки в 5—10 раз водой не сказывается на pH в силу большой буферности молока.

6 мл полученной сыворотки отмеривают пипеткой в пробирку такой же длины и диаметра, как пробирки, в которых налиты стандартные растворы индикаторов (реактив 45), и прибавляют к отмеренной сыворотке 1 мл неразбавленного основного раствора того индикатора, в пределах показаний pH которого можно ожидать pH молока; затем берут вторую такую же пробирку и наливают в нее 6 мл сыворотки и 1 мл воды; наконец, в третью пробирку наливают чистую воду.

Пробирку ставят в компаратор (см. рис. 17) так, чтобы первая пробирка (с индикатором и сывороткой) была в переднем ряду 1 в левом отверстии компаратора, вторая (с сывороткой и водой) — в переднем ряду в правом отверстии 3, третья (с водой) во втором ряду 2 левой части компаратора и четвертая пробирка (с стандартным раствором индикатора) во втором ряду 4 в правой части. Пробирку со стандартным индикатором подбирают так, чтобы цвет раствора при рассмотрении их через отверстия а и б в компараторе был одинаков или цвет пробирки исследуемой сыворотки находился между двумя стоящими в одном из рядов пробиркой со стандарт-

ными растворами. Показание рН на пробирке со стандартным индикатором будет показывать рН сыворотки, а следовательно, и молока.

Показания индикаторного метода не точно совпадают с рН, получаемым электрометрическим методом, но для практических целей контроля индикаторный метод вполне пригоден.

2) Потенциометрические методы

Потенциометр ЦНИЛКИП

Конструктивная схема потенциометра ЦНИЛКИП модели 1935 г. показана на рис. 38. Определяют рН по разности потенциалов двух электродов, погруженных в испытуемый раствор. Прибор градуирован в милливольт, диапазон его измерений от 0 до 1100 мВ; при этом сотни милливольт отсчитываются по ползунку коммутатора.

Точность прибора установлена $\pm 0,003$ или $\pm 0,05$ рН.

Расположение деталей на верхней панели прибора следующее (рис. 39):

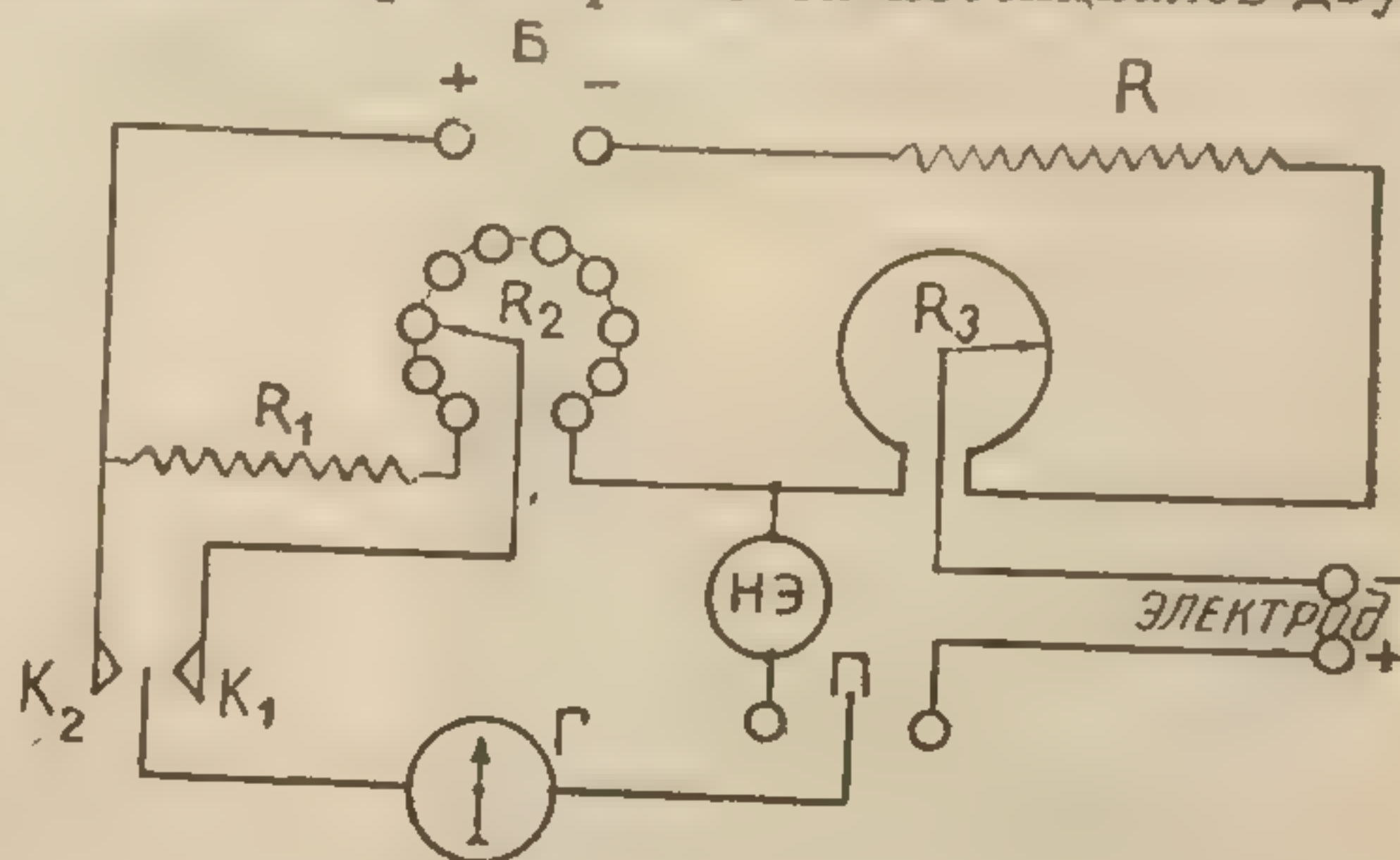


Рис. 38. Схема потенциометра

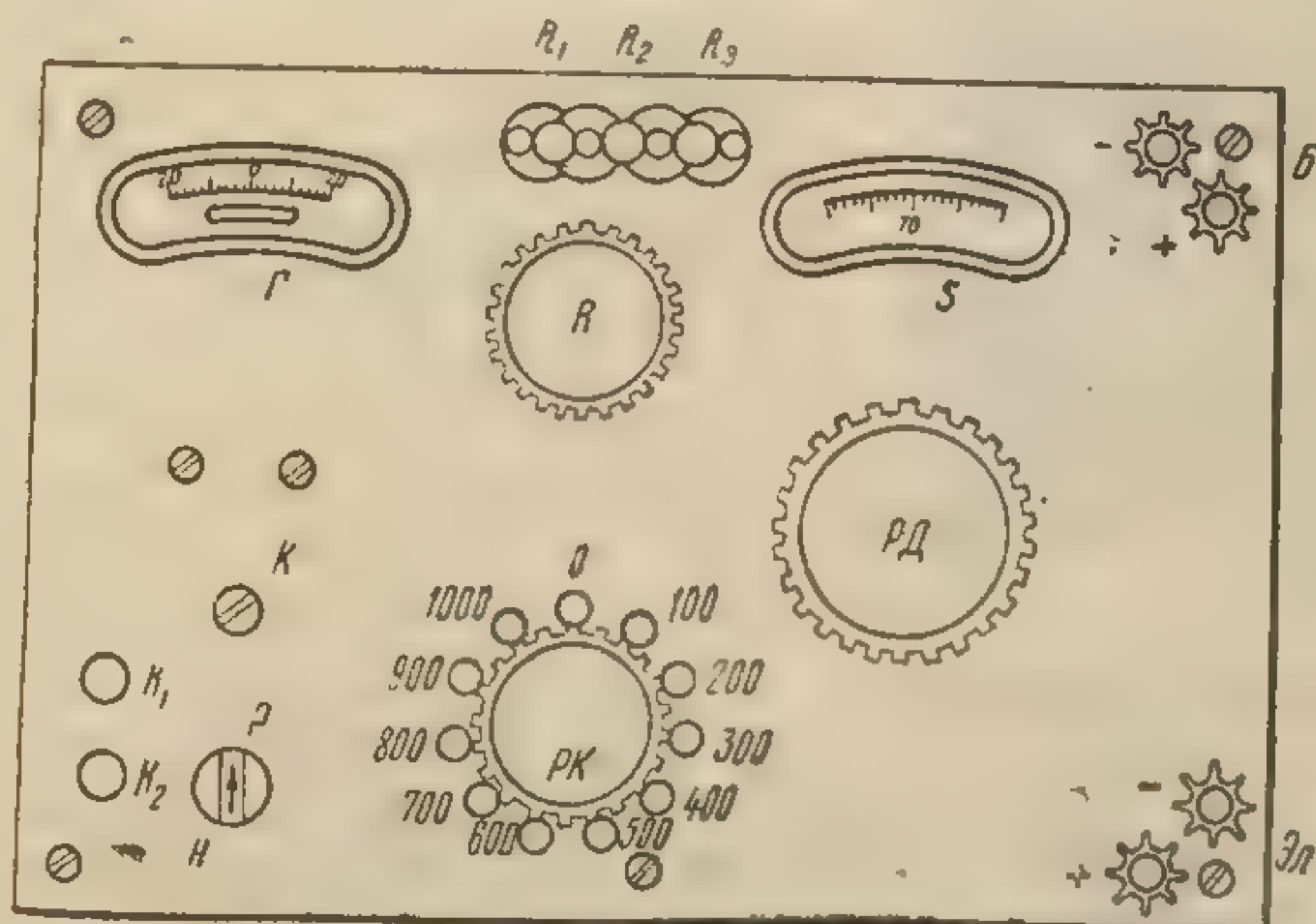


Рис. 39. Расположение деталей на верхней панели прибора

- Б + — клеммы для включения батареи ВД-ВЭИ-120, ЭДС 1,35 в,
- Эл + — клеммы для включения электродов с испытуемым раствором,
- Г — гальванометр нулевой, стрелочный с точностью $1^\circ = 10^{-6}$ А,
- РК — ручка коммутатора для установки на сотни милливольт,
- РД — ручка шкалы прибора для установки на десятки и единицы милливольт, которые отсчитываются в окне S,
- R — ручка реостата настройки,
- K — корректор для установки стрелки гальванометра на нуль,
- K2 — кнопка регулирования прибора, нажимается при настройке аппарата,

- K_1 — рабочая кнопка, нажимается при включенных электродах во время измерения рН,
 $R_1 R_2 R_3$ — добавочные сопротивления к реостату настройки,
 РН — переключатель,
 Н — регулировка,
 Р — рабочее положение.

На потенциометре ЦНИЛКИП можно производить определение рН водородным и хингидронным методами.

Водородный метод дает широкий диапазон определений от 1,5 до 13,3 рН, но он сложен и требует много времени. Более удобен для практических целей хингидронный метод, пригодный для определения рН в кислой и слабощелочной среде до 7,8 рН. В молочной промышленности чаще применяют хингидронный метод.

Определение рН хингидронным методом

Присоединяют источник питания с ЭДС в пределах 1,35 в к соответствующим клеммам Б (рис. 40), соблюдая правила знаков, обозначенных на панели. В

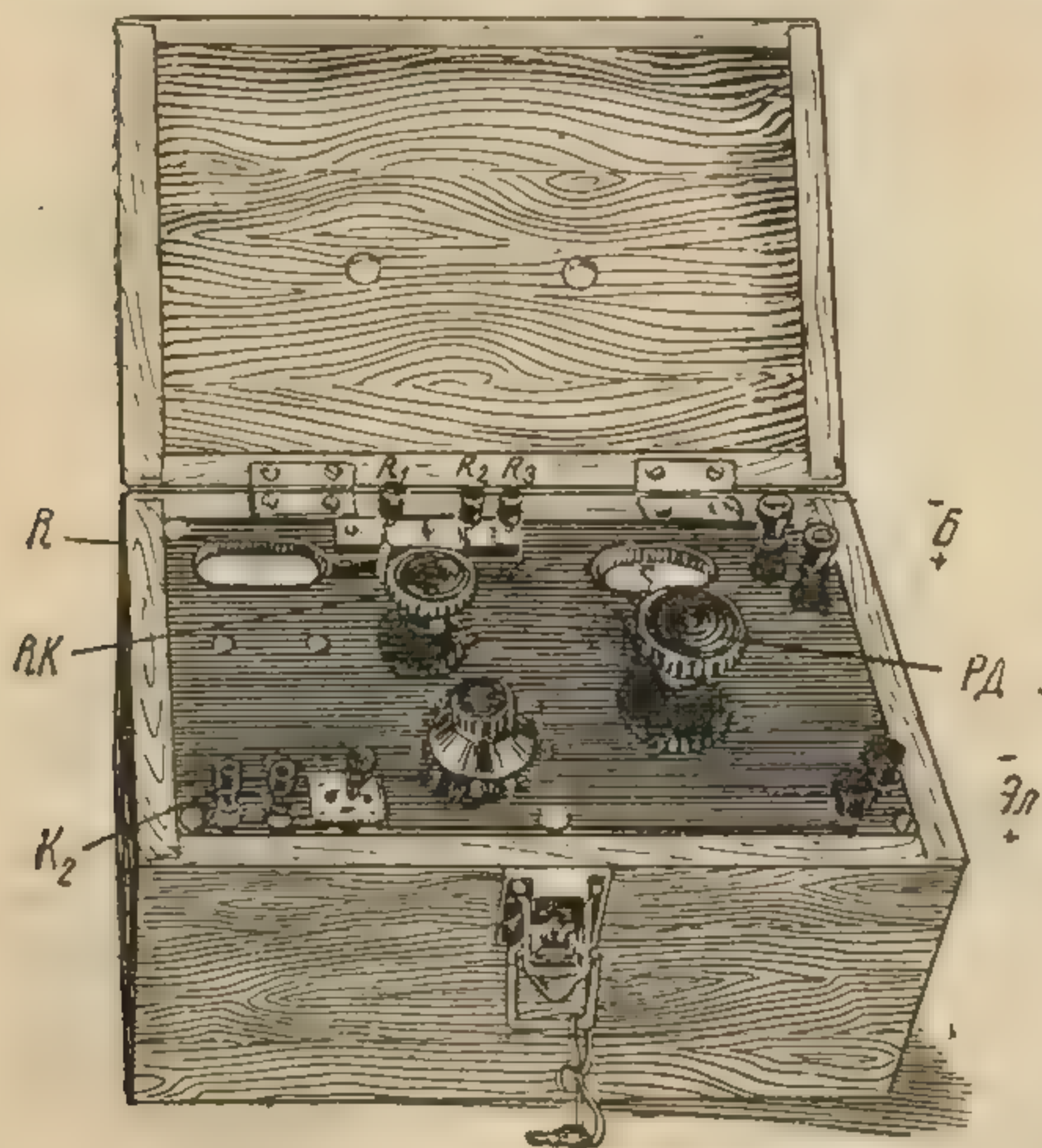


Рис. 40. Внешний вид потенциометра конструкции Москип

сосуд для испытуемой жидкости наливают молоко в таком количестве, чтобы электроды — каломельный полуэлемент (реактив 46) и платиновая пластинка — были погружены в него. Маленькой стеклянной ложечкой всыпают в молоко немного (0,2 г) хингидрона. Закрывают крышку сосуда, вставляют электроды и прикрепляют их к клеммам с индексом Эл, причем хингидронный электрод, т. е. платиновая пластинка, как несущая положительный заряд, включается в цепь к плюсу, а каломельный — к минусу. Затем устанавливают ручку переключателя со стрелкой так, чтобы стрелка было направлено на индекс Н, и, подбирая сопротивление штепселями ($R_1 R_2 R_3$) и вращая ручку реостата R, достигают момента, когда при отрывистом нажатии кнопки К стрелка гальванометра устанавливается на нуль и не дает никаких отклонений. После этого ручку переключателя поворачивают в обратную сторону, устанавливая стрелку на индекс Р, включив таким образом, в цепь прибора электроды с испытуемым раствором.

Нажимать Р...
в птв на...
в окно S...
ходят по...
числяют

где: ε —
Прямое
туре 18°. По
той — 45. С
электродов
По табл.

туре 18°.

При те
Можно
вающей р

Значение р

	mv
	pH
	mv
0	
100	
200	
300	
	mv
	pH

Нажимая кнопку К и вращая ручку коммутатора РК и ручку шкалы РД, добиваются неподвижности стрелки на нуле шкалы гальванометра (так же, как и при настройке прибора). Производя отсчет в мВ на коммутаторе по положению ползунка (сотни), на шкале в окно S по нанесенной на стекле черточке (десятки и единицы), находят по табл. 15 значение рН для испытуемого раствора или вычисляют по формуле:

$$pH = \frac{0,4541 - \varepsilon}{0,0577} \text{ (при температуре } 18^\circ),$$

где: ε — показание прибора в вольтах (разность потенциалов хингидронного и каломельного электродов).

Пример. Произведено измерение рН хингидронным методом при температуре 18° . Ползунок коммутатора РК дал показание 100, черточка над шкалой — 45. Следовательно, разность потенциалов хингидронного и каломельного электродов для данного раствора равна 145 мВ.

По табл. 15 находим рН:

$$\begin{array}{r} \text{Для } 140 \text{ мВ} \dots\dots\dots 5,4130 \\ + 5 \dots\dots\dots 0,0867 \\ \hline \end{array}$$

Для 145 мВ $\dots\dots\dots 5,3563$ рН при температуре 18° .

$$pH = \frac{0,4541 - 0,145}{0,0577} = \frac{0,3091}{0,0577} = 5,3570$$

При температуре иной, чем 18° , вносится поправка по табл. 16.

Можно пользоваться для вычисления рН формулой, предусматривающей различные температуры, или готовой таблицей (табл. 17).

Таблица 15

Значение рН по показанию потенциометра в мВ по хингидронно-каломельному методу при температуре 18°

мВ	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
рН	7,85	7,835	7,82	7,80	7,78	7,765	7,75	7,73	7,715	7,70
мВ	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
					рН					
0	—	7,696	7,523	7,350	7,176	7,003	6,830	6,656	6,483	6,310
100	6,136	5,963	5,790	5,616	5,443	5,270	5,097	4,923	4,750	4,577
200	4,403	2,230	4,057	3,883	3,710	3,537	3,363	3,196	3,017	2,844
300	2,670	2,497	2,323	—	—	—	—	—	—	—
Поправки на единицы мВ (вычитаются)										
мВ	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
рН	0,0173	0,0347	0,057	0,0693	0,0867	0,1040	0,1213	0,1386	0,1560	

Поправки на температуру для хингидронного метода

Таблица 16

pH от—до	Т е м п е р а т у р а в °C										
	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
1,0—1,5	+0,01	0	0	0	—0,01	—0,02	—0,03	—0,03	—0,04	—0,04	—0,05
1,5—2,0	+0,01	+0,01	0	0	—0,01	—0,02	—0,03	—0,04	—0,05	—0,05	—0,06
2,0—2,5	+0,02	+0,01	0	0	—0,02	—0,03	—0,04	—0,04	—0,05	—0,06	—0,07
2,5—3,0	+0,03	+0,01	0	0	—0,02	—0,03	—0,04	—0,05	—0,06	—0,07	—0,08
3,0—3,5	+0,03	+0,02	+0,01	0	—0,02	—0,03	—0,05	—0,06	—0,07	—0,08	—0,10
3,5—4,0	+0,03	+0,02	+0,01	0	—0,02	—0,04	—0,05	—0,07	—0,08	—0,09	—0,11
4,0—4,5	+0,04	+0,02	+0,01	0	—0,03	—0,04	—0,06	—0,07	—0,09	—0,10	—0,12
4,5—5,0	+0,05	+0,03	+0,01	0	—0,03	—0,04	—0,06	—0,08	—0,10	—0,11	—0,13
5,0—5,5	+0,05	+0,03	+0,01	0	—0,03	—0,05	—0,07	—0,09	—0,11	—0,13	—0,14
5,5—6,0	+0,06	+0,03	+0,01	0	—0,03	—0,05	—0,07	—0,09	—0,11	—0,14	—0,16
6,0—6,5	+0,06	+0,04	+0,01	0	—0,03	—0,05	—0,08	—0,10	—0,12	—0,15	—0,17
6,5—7,0	+0,07	+0,04	+0,02	0	—0,03	—0,06	—0,08	—0,11	—0,13	—0,16	—0,18
7,0—7,5	+0,07	+0,04	+0,02	0	—0,04	—0,06	—0,09	—0,11	—0,14	—0,17	—0,19

$$pH = \frac{0,4541 - 0,00033}{0,0577 + 0,002} \cdot \sqrt{\frac{(t-18) - \Sigma}{(t-18)}}$$

Для пользования потенциометром необходим элемент и каломельный полуэлемент. Для питания пстенциометра могут быть применены элементы любого типа с электродвижущей силой 1,25—1,5 в. За неимением подобных элементов прибор можно включить в цепь обычного 2-вольтового аккумулятора с последовательным включением в цепь проволоочного сопротивления 130—150 см.

Таблица 17

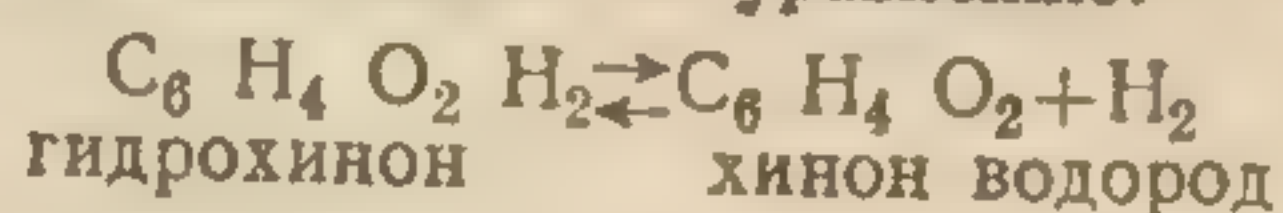
Формулы вычисления pH с поправками на температуру хингидронным методом

Тем- пера- тура в °	pH	Темпера- тура в °	pH
15	$\frac{0,45509 - \Sigma}{0,0571}$	21	$\frac{0,45311 - \Sigma}{0,0583}$
16	$\frac{0,45476 - \Sigma}{0,05133}$	22	$\frac{0,45278 - \Sigma}{0,0585}$
17	$\frac{0,45443 - \Sigma}{0,0575}$	23	$\frac{0,45245 - \Sigma}{0,0587}$
18	$\frac{0,4541 - \Sigma}{0,0577}$	24	$\frac{0,45212 - \Sigma}{0,0589}$
19	$\frac{0,45377 - \Sigma}{0,0579}$	25	$\frac{0,45179 - \Sigma}{0,0591}$
20	$\frac{0,45344 - \Sigma}{0,0581}$	26	$\frac{0,45146 - \Sigma}{0,0593}$

Сущность метода. Потенциометрический или электрометрический метод определения pH основан на установлении электродвижущей силы (разности

потенциалов) двух электродов, погруженных в жидкость и составляющих каломельно-водородную или хингидронную цепь.

Реакция среды раствора обуславливается водородными ионами, несущими положительный электрический заряд. Если в такой раствор погрузить металлический электрод, то последний приобретает некоторый электрический заряд. Согласно теории электрической упругости растворения, предложенной Нернстом, металлы при погружении в раствор приобретают определенный потенциал, зависящий от присутствия в растворе ионов этого металла. Таким образом для получения потенциала, зависящего от присутствия в растворе ионов водорода, необходим водородный электрод (платиновый электрод, покрытый платиновой чернью, насыщенный водородом). Приготовление водородного электрода практически довольно сложно, поэтому вместо него пользуются чаще хингидронным электродом. Хингидронный электрод представляет из себя платиновый электрод, погруженный в насыщенный водный раствор хингидрона (соединение хинона и гидрохинона в эквимолекулярных количествах). Такой электрод ведет себя, как водородный, благодаря окислительно-восстановительному потенциалу хингидрона. В водных растворах хингидрон разлагается, давая одну молекулу хинона и одну молекулу гидрохинона. Гидрохинон диссоциирует на хинон и водород с установлением между ними равновесия по уравнению:



Хинон — вещество, обладающее окислительным свойством, а гидрохинон — двухатомный фенол, способный диссоциировать с образованием двух водородных ионов, причем анион гидрохинона является веществом, обладающим восстановительными свойствами.

Так как каждая молекула хингидрона дает по одной молекуле хинона и гидрохинона, то молекулярная концентрация этих двух веществ в растворах хингидрона будет постоянна. Отсюда следует, что и концентрация водорода в растворе будет также величиной постоянной. Таким образом, хингидрон, находясь в растворе в насыщенном состоянии (растворимость хингидрона небольшая), является как бы регулятором концентрации водорода, поддерживая ее на постоянном уровне. Поэтому платиновая пластинка, опущенная в раствор с неизвестной концентрацией водородных ионов, к которому прибавлен избыток хингидрона, будет иметь потенциал, зависящий исключительно от концентрации ионов водорода в исследуемой жидкости.

В щелочной среде хингидрон реагирует, как слабая кислота, поглощает часть гидроксильных ионов и дает более кислое значение. Кроме того, в щелочной среде в присутствии кислорода, хингидрон окисляется, поэтому пользоваться хингидронным методом при pH выше 7,8 не рекомендуется (если раствор обладает ясно выраженными буферными свойствами, то определение можно вести и при более высоком значении pH).

Практически измерить непосредственно потенциал одного электрода невозможно. Для этого нужно иметь два электрода, причем потенциал одного электрода должен быть известен и уже по разности потенциалов и одному известному находят потенциал электрода, характеризующий концентрацию водородных ионов.

В качестве электрода с известным потенциалом берется каломельный насыщенный полуэлемент.

Платиновая пластинка при погружении в кислый раствор с хингидроном дает потенциал, превышающий потенциал платинированного электрода в этом же растворе на 0,7044 V. Формула для расчета pH раствора получает следующий вид:

$$\text{pH} = \frac{0,4541 - \epsilon}{0,0577} \text{ при } 18^\circ,$$

где: 0,4541 — получается в результате вычитания из 0,7044v разности потенциалов между парой электродов (платинововодородный и каломельный электроды) и платинововодородный раствор, составляющий величину 0,2503 V.

Σ — разность потенциалов между электродами в цепи,
 0,0577 — произведение $R \cdot T$ (R — газовая постоянная, T — абсолютная температура), выраженное в вольтах.

Для определения разности потенциалов применяют, как наиболее простой, компенсационный метод. Он основан на включении в цепь аккумулятора с точно известной электродвижущей силой, направленной в сторону, противоположную направлению действия искомой электродвижущей силы и по величине точно соответствующей последней, компенсирующей ее, обуславливая отсутствие тока в цепи в момент измерения (определяется электрометром или гальванометром).

В описанном потенциометре, сконструированном С. А. Стрелковым, и использован этот компенсационный метод.

Схематически установку прибора для этого определения можно представить в следующем виде (рис. 41).

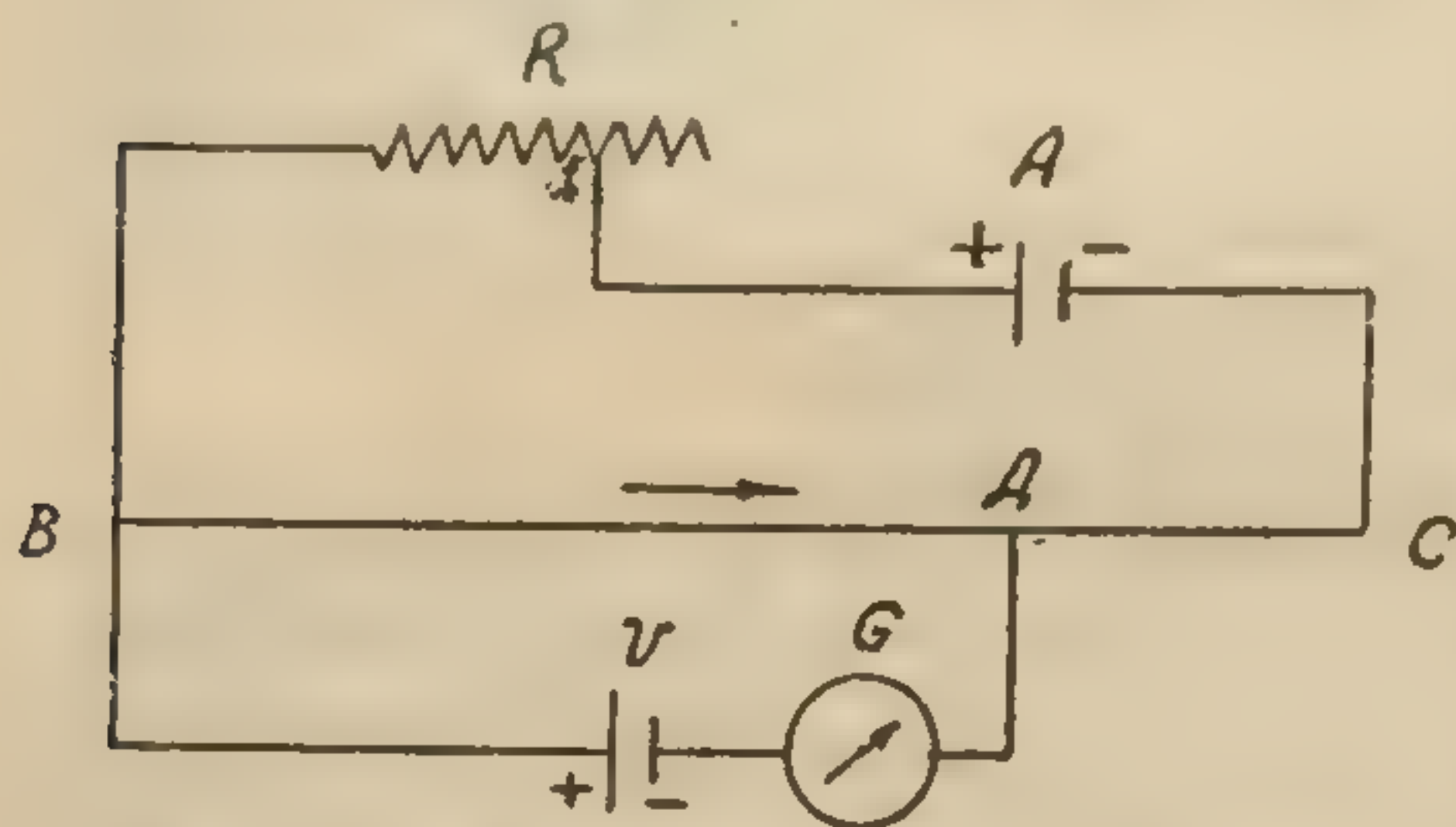


Рис. 41. Схема компенсационной установки

Аккумулятор А соединяется проводкой с концами В и С линейки мостика Уитстона. К концу В линейки присоединяется проводка идущая от положительного полюса измеряемого элемента E_x , который включают в цепь в точке В к другому (отрицательному) полюсу через электрометр G , соединенный со скользящим контактом Д. Если этот скользящий контакт начать двигать вдоль линейки, то наступает такой момент, когда гальванометр покажет отсутствие электротока в боковой цепи (ВДС). Это значит,

что электродвижущая сила исследуемого элемента компенсирована разностью потенциалов в точках В и Д.

Отсюда, зная величину электродвижущей силы аккумулятора А (обозначим ее значком E_a), и изменяя сопротивления ВС и ВД (они пропорциональны длине этих отрезков), найдем E_x (электродвижущую силу испытуемого элемента) по уравнению:

$$\frac{E_a}{E_x} = \frac{BC}{BD} \quad \text{или} \quad E_x = \frac{E_a \cdot BD}{BC}.$$

Однако, электродвижущая сила аккумулятора E_a — величина непостоянная. Поэтому, прежде чем устанавливать величину E_x , необходимо найти точную величину E_a . Делают это по описанному выше способу, но включают в цепь вместо испытуемого элемента с известной электродвижущей силой. Для этого применяют нормальный элемент Вестонз, электродвижущая сила которого равна 1,0183 в (20°).

Включив в цепь нормальный элемент и двигая скользящий контакт, находят на линейке ВС точку, в которой ток не идет в боковую цепь. Пусть эта точка будет К.

Тогда по предыдущему составляем уравнение:

$$\frac{E_a}{1,0183} = \frac{BC}{BK} \quad \text{и} \quad E_a = \frac{1,0183 \cdot BC}{BK}.$$

Поставив значение E_a в приведенное выше уравнение, будем иметь:

$$E_x = 1,0183 \cdot \frac{B \cdot D}{B \cdot K} \quad (1)$$

Зная величину электродвижущей силы E_x , по формуле Нернста определяют концентрацию водородных ионов:

$$E_x = 0,058 \lg \frac{1}{X}, \quad (2)$$

где: X — концентрация водородных ионов, выраженная в единицах нормальности.

По предложению Зеренсена, принято концентрацию водородных ионов выражать не величиной абсолютного содержания ионов водорода (величины X), а логарифмом этой величины, взятым с обратным знаком, обозначая эту условную величину знаком pH или PH :

$$pH = \lg \frac{1}{X}; \quad pH = -\lg X$$

При этом обозначении из формулы (2) следует, что $pH = \frac{E_x}{0,058}$, где 0,058 есть частное $\frac{R \cdot T}{0,4343}$, в котором R — газовая постоянная, T — абсолютная температура.

Таким образом, сущность метода определения концентрации водородных ионов электрометрическим путем состоит в определении электродвижущей силы исследуемого элемента по формуле (1), затем в вычислении pH по формуле (2).

Электрометрический компаратор (метод Ю. Щеглова и К. Щеголева)

Электрометрический компаратор устроен следующим образом (рис. 42). Круглый металлический штатив 1 имеет 12 гнезд, распо-

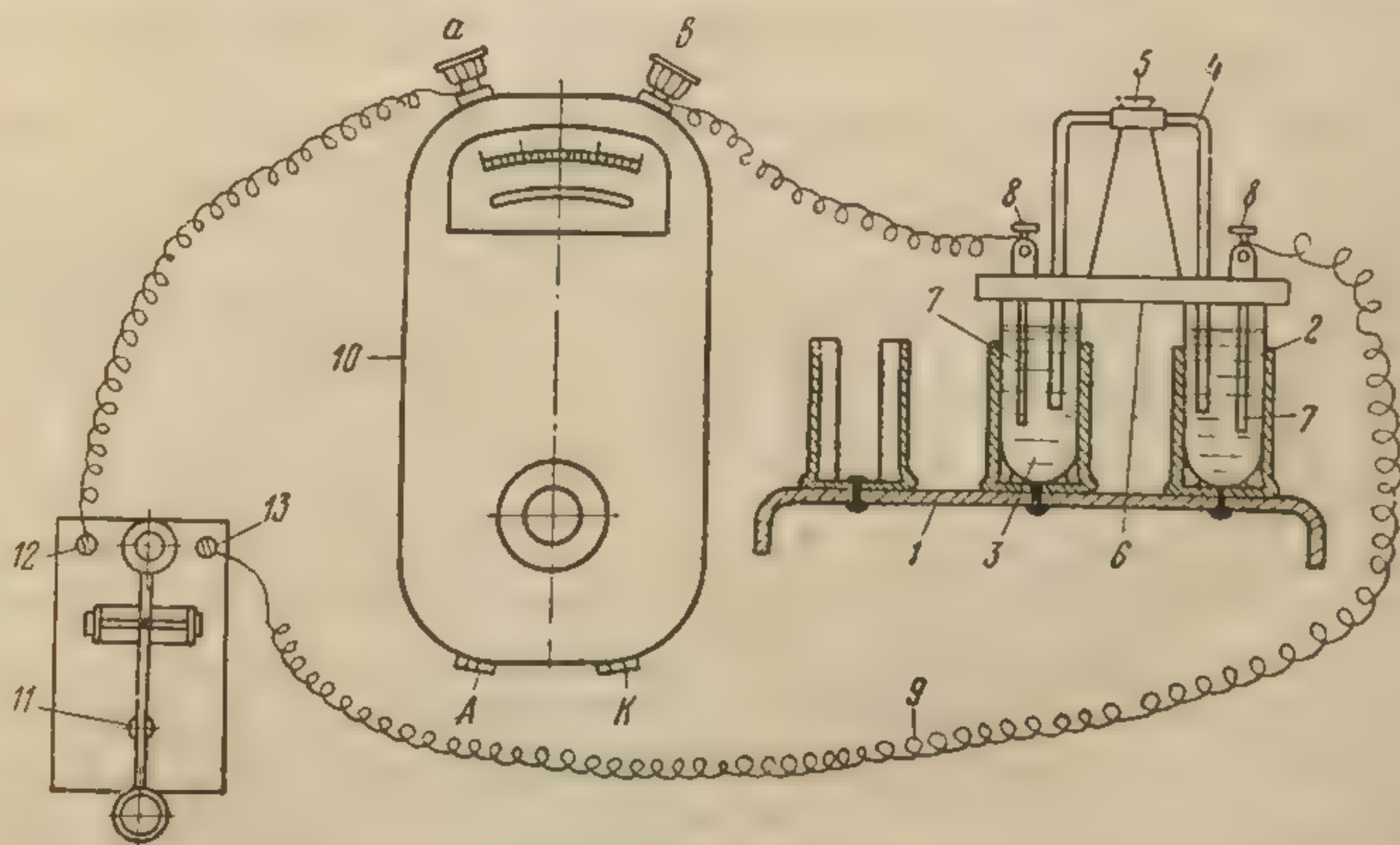


Рис. 42. Электрометрический компаратор

женных по окружности, в которые вставляются стеклянные стаканчики 2 с набором буферных растворов и одно гнездо в центре, куда ставится стаканчик с исследуемым раствором 3. Электролитический соединительный мостик 4, укрепленный держателем 5 на панели 6,

и два электрода 7 из нержавеющей стали спускаются в стаканчики с исследуемым 3 и буферным 2 растворами. При различном значении рН на электродах создается разность потенциалов и образующийся вследствие этого электрический ток через клеммы 8, и проводники 9 при замыкании ключа 11 действует на гальванометр 10.

Для универсального электрометрического компаратора можно применять любой гальванометр с чувствительностью на $1^\circ = 1 \cdot 10^{-6} \text{А}$, или $1 \cdot 10^{-7} \text{А}$, а именно: нулевой стрелочный гальванометр и стрелочный круглый гальванометр на 100 делений, стрелка которого заранее отведена и устанавливается корректором на «условный нуль» на 10—20 делений. Гальванометр в нерабочее время должен запирается арретиром, а при работе арретир А поворотом влево освобождает стрелку, после чего она при помощи корректора К устанавливается в исходное нулевое положение.

Подготовка прибора к работе. В 12 стаканчиков, расположенных по окружности металлического штатива, наливают буферные растворы с определенным значением рН, причем предварительно стаканчики промывают дистиллированной водой, затем раствором, который будет налит в каждый стаканчик.

Имеющимися при приборе проводниками с вылуженными концами соединяют части прибора (рис. 42—1); длинным проводником соединяют клемму мостика 8 с клеммой в гальванометра 10, клемму мостика 8 одним из коротких проводников — с контактом ключа 13 и вторым проводником — клемму ключа 12 с клеммой гальванометра а.

Если стрелка гальванометра стоит не на нуле, то при помощи корректора К переводят ее в нулевое положение, поворачивая в ту или другую сторону.

Электроды протирают фильтровальной бумагой, а через каждые 5—6 дней мягкой наждачной бумагой № 0000 (во избежание появления на них осадка, мешающего правильным измерениям).

В стакан наливают дистиллированной воды для обмывания электродов и мостиков (если нет промывалки) и готовят фильтровальную бумагу для вытирания электродов.

На стаканах делают надписи или наклейки с указанием значения рН от 4,0 до 1,5.

Стаканчики промывают дистиллированной водой, наливают в них буферные растворы в количестве 5—6 см на уровне 1—0,8 см от верхнего края, соответствующие записанному значению рН, предварительно ополоснув стаканчики тем же буферным раствором.

После этого вынимают из раствора хлористого калия соединительный мостик и, сполоснув дистиллированной водой, осторожно вставляют его в отверстие, сделанное в панели, укрепив в зажиме держателя.

Перед производством измерения проверяют отклонения стрелки гальванометра, для чего вынимают один из стаканчиков с буферным раствором (например 5,5 рН), вставляют его в центр штатива, опускают в него и в соседний с вынутым стаканчик (например 5,0 рН)

электроды в конце мостика, нажимают ключ и наблюдают, в какую сторону — вправо или влево — дает отклонение стрелка гальванометра и на сколько делений.

Затем повторяют эту операцию с другим стаканчиком (например 6,0 рН) и замечают размеры отклонения стрелки гальванометра. Эта проверка дает возможность запомнить: вправо или влево должно быть отклонение стрелки, если рН исследуемого раствора больше, чем у буферного раствора, и какое отклонение и размах стрелки бывает при разнице в 0,5 рН.

Производство измерений

В средний стаканчик 3, промытый дистиллированной водой, наливают испытуемый раствор в количестве около 4—5 мл (на уровне 1—0,8 см от верхнего стаканчика).

Вынимают агаровый мостик (реактив 47) из раствора хлористого калия, промывают его дистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой, затем мостик вставляют в панель с отверстиями, на которой укреплены электроды, укрепляя его в зажиме держателя 5.

Опускают один электрод и конец электрического мостика (с меткой, нанесенной белой или серебряной краской на текстолитовой части панели) в стаканчик с испытуемым раствором, а другой электрод и второй конец электролитического мостика — в стаканчик с буферным раствором (реактив 48), величина рН которого близка к значению рН испытуемого раствора.

Коротко и быстро нажимают ключ 11 и замечают отклонение стрелки гальванометра: если стрелка гальванометра отклоняется в ту или другую сторону, соединительный мостик вынимают, электрод и конец электролитического мостика, которые были опущены в буферную смесь 7,0 рН, ополаскивают дистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой и опускают в рядом стоящий стаканчик с буфером 7,5 рН. Если при таком включении стрелка гальванометра будет отклоняться в противоположную сторону, то значение испытуемого раствора лежит между 7,0 и 7,5 рН, т. е. примерно 7,2 и 7,3 рН.

Для уточнения определения рН необходимо заметить величину отклонения стрелки гальванометра. Например, если стрелка гальванометра при включении буферной смеси 5,5 рН отклонилась на 5 делений, а при включении буферной смеси 5,0 рН на 2 деления, это значит, что испытуемый раствор лежит ближе к 5,0 рН, и, принимая пропорциональное число делений, рН будет равно примерно 5,15 рН.

После окончания измерения оба электрода и мостик ополаскивают в дистиллированной воде и протирают насухо фильтровальной бумагой. Электролитический мостик опускают в стакан с насыщенным раствором хлористого калия, для чего можно использовать свободные от буферных растворов стаканы, находящиеся в штативе.

Стаканчик, где был исследуемый раствор, вымывают и ополаскивают дистиллированной водой.

Стаканчики с буферными растворами закрывают пробками или ватой или накрывают крышкой во избежание попадания пыли и т. п. Гальванометр запирают арретиром.

III. ИССЛЕДОВАНИЕ БИОХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОЛОКА

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

Для биохимического исследования пробы отбирают в особую посуду, отдельно от проб, предназначенных для физико-химического исследования.

Перед взятием проб молоко должно быть тщательно перемешано (желательно — переворачиванием сосуда 8—10 раз). Если такое переворачивание произвести невозможно, то молоко перемешивают той трубкой или пипеткой, которой берется проба, или каким либо другим прибором, применяемым в данном производстве.

Для обычного биохимического исследования достаточно взять 50 мл молока.

Бутылочки для проб должны быть чистые, сухие, с притертыми пробками. В крайнем случае можно пользоваться стеклянной посудой с хорошо пригнанными чистыми каучуковыми или корковыми пробками.

Проба бутылочного молока берется в оригинальной посуде.

При взятии пробы отмечают температуру молока. Взятую пробу по возможности охлаждают до температуры, близкой к 0°, но во всяком случае хранить ее надо при температуре не выше 6°.

Транспорт проб должен производиться в переносном леднике или при других условиях, обеспечивающих ту же температуру.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕЖЕСТИ МОЛОКА ДВОЙНЫМ ТИТРОВАНИЕМ — МЕТОД КОРОЛЕВА И ПАНФИЛОВА [15]

Исследуемое молоко тщательно перемешивают, после чего из него в чистую, сухую, сильно прогретую пробирку, заткнутую ватой, берут 20—25 мл молока стерильной пипеткой или пипеткой, промытой 2 раза исследуемым молоком. Пробирку с молоком помещают на 6 час. в термостат или водяную баню, в которой поддерживается температура 30°.

Одновременно со взятием пробы молока для выдерживания в термостате отбирают пипеткой еще 10 мл исследуемого молока, в которых тотчас же определяют кислотность в градусах. После 6-часового выдерживания молоко размешивают и из него отбирают пипеткой 10 мл для определения градуса кислотности.

Числа кислотности для молока без выдерживания и после 6-часового выдерживания в термостате сравнивают и по табл. 18 устанавливают качество молока.

Сущность
одно и то же
и через опре
нием бактери
ся бактери
бав, то их ч
Молоко, нахо
в термостат
свежее, но
ния в термост
По повыше
класса (табл.

Клас- сы	Изме-
I	Нет
II	Кисло до 1
III	Кисло больше

Метод д
ребления его
ставляемого с

Опреде
лока в ко
воды и п
каплям 0,
жают до
блюдают,
стеклянно
серной ки
умножают
тивания»
Сумма
градус «с

Сущность
щелочи, рас
ной кислотн
величину, н
развития в
белков, то
локе сумма
ваясь на это

Сущность метода определения свежести молока состоит в том, что одно и то же молоко дважды исследуется на кислотность — в начале опыта и через определенный промежуток времени. В молоке с небольшим содержанием бактерий при 6-часовом выдерживании в термостате будет еще продолжаться бактерицидная фаза, и если даже к концу начинается размножение микробов, то их число не успевает настолько возрасти, чтобы повысить кислотность. Молоко, находящееся в состоянии конца бактерицидной фазы и помещенное в термостат на 6 час., повышает свою кислотность до 10°. Молоко далеко не свежее, но еще не показывающее завышенной кислотности, после выдерживания в термостате дает резкое повышение градуса кислотности (от 10 до 40°).

По повышению кислотности при втором титровании разделяют молоко на три класса (табл.18).

Таблица 18

Клас-сы	Изменение градусов кислотности за 6 час.	Количество микробов в 1 мл	Качество молока (свежесть)
I	Нет нарастания кислотности	Микробов меньше 1 млн.	Хорошее
II	Кислотность повышается до 10°	Микробов до 5 млн.	Удовлетворительное
III	Кислотность повышается больше чем на 10°	Больше 5 млн.	Плохое

Метод двойного титрования важен при оценке прочности молока для потребления его в цельном виде, особенно при обследовании качества молока, доставляемого совхозами, МТФ.

3. ГРАДУСЫ СВЕЖЕСТИ ПО ИНИХОВУ [16]

Определяют кислотность молока в градусах. Затем к 10 мл молока в конической колбе (емкостью 50—70 мл) прибавляют 20 мл воды и при постоянном помешивании осторожно приливают по каплям 0,1 N раствор серной кислоты. Прибавление кислоты продолжают до момента образования мелких хлопьев казеина, которое наблюдают, рассматривая молоко на стенках колбы (наноса капли стеклянной палочкой). Количество израсходованного 0,1 N раствора серной кислоты, потребовавшейся для выделения хлопьев казеина, умножают на 10 (расчет на 100 мл. молока) и получают число «свертывания».

Сумма градусов кислотности плюс число «свертывания» дает градус «свежести».

Сущность метода. В нормальном молоке сумма миллилитров 0,1 N щелочи, расходуемой на нейтрализацию 100 мл молока, и миллилитров 0,1N серной кислоты, требующейся для свертывания казеина в 100 мл молока, составляют величину, не спускающуюся ниже 60. Если же молоко претерпело изменение от развития в нем главным образом гнилостных бактерий с частичным расщеплением белков, то для осаждения казеина требуется уже меньше кислоты. В таком молоке сумма градусов кислотности и свертывания дает цифру ниже 60. Основываясь на этом, можно судить о доброкачественности молока по градусам свежести.

4. АЛИЗАРОЛОВАЯ ПРОБА [42]

К 3—5 мл молока в пробирке прибавляют равный объем насыщенного раствора ализарина в 68°-ном спирте и взбалтывают. Наблюдают изменение в окраске смеси и характер образовавшихся хлопьев казеина.

При нейтральной реакции молоко с ализарином дает коричневую окраску, при щелочной — фиолетовую и при кислой — светложелтую.

Если в молоке чисто молочнокислое брожение, то ализароловая проба дает окраску и хлопья казеина, как указано в табл. 19, по которым судят о качестве молока.

Таблица 19

Примерная кислотность молока (в °Т)	Окраска смеси молока с ализарином	Характер образовавшихся хлопьев	Молоко свертывается	
			при кипячении	при температуре 20°
			через часов	через часов
17,5	Лилово-красная	Хлопьев нет	7 и более	12 и более
20,0	Бледнокрасная	Хлопьев нет или очень тонкие	5—7	9,5—12
22,5	Буровато-красная	Очень тонкие или тонкие хлопья	3—5	7,9—9,5
25,0	Красновато-бурая	Тонкие хлопья или обыкновенные	1—3	6—7,5
27,6	Бурая	Обыкновенные хлопья или большие	0,5—1	4,5—6
30,0	Желтовато-бурая	Большие хлопья или очень большие	Тотчас	3—4,5
35,0	Буровато-желтая	Очень большие хлопья	.	1,5—3
40,0	Желтая	Очень большие хлопья	.	0—1,5

При развитии в молоке сычужного брожения ализароловая проба дает показания, противоположные молочнокислому брожению: нарастания кислоты не происходит, и молоко, оставаясь красным, образует хлопья. Таким образом, отклонения окраски и характера хлопьев казеина молока от признаков, приведенных в таблице, являются показателем ненормального состояния молока.

5. БРОМТИМОЛОВАЯ ПРОБА [17]

Приготавливается 0,2%-ный раствор бромтимолблау в 60°-ном спирте. В небольшую фарфоровую чашку или фарфоровую пластинку с углублениями вносят 5 мл молока и 1 мл указанного раствора. Еще отчетливее реакция получается при смешении 1 капли бромти-

молблау с 2 каплями молока на фарфоровой пластинке или часовом стекле на белом фоне.

Нормальное молоко дает желтое, зеленовато-желтое или желто-зеленое окрашивание. Слабая форма мастита — сине-зеленое или интенсивно зеленое окрашивание (понижение концентрации водородных ионов). Сильная форма мастита иногда дает желтое окрашивание (повышенная концентрация водородных ионов).

6. ПРОБА НА КИПЯЧЕНИЕ

Степень кислотности молока может быть предварительно определена пробой на кипячение. Молоко при кислотности $27-30^{\circ}$ не выдерживает кипячения и свертывается. Испытание производят в тонкостенной пробирке, куда наливают молоко, и, взбалтывая его, кипятят приблизительно 1 мин. на спиртовой горелке или держат 2 мин. в кипящей воде.

Если произошло полное свертывание, то это указывает на то, что молоко имеет кислотность больше 30° . При частичном свертывании молока хлопьями кислотность его приближается к указанному числу. Проба на кипячение важна, как предварительная, — она не может служить способом определения кислотности, так как свертывание белков молока обуславливается не одной кислотностью.

Такое же ориентировочное значение, но с приблизительным указанием меньшей степени кислотности молока, имеет алкогольная пробка.

7. КИСЛОТНО-КИПЯТИЛЬНАЯ ПРОБА — МЕТОД ВОЙТКЕВИЧА [18]

В ряд пробирок наливают из бюретки постепенно увеличивающиеся на 0,1 мл количества 0,1 N раствора серной или соляной кислоты, начиная с 0,5 до 1,2 мл, отмечая на пробирках количество кислоты. Затем в каждую пробирку приливают по 10 мл испытуемого молока, смешивают молоко с кислотой и ставят пробирки на 3 мин. в кипящую воду. После этого пробирки вынимают из воды и отмечают те, в которых наблюдается свертывание молока. Чем больше прибавленной кислоты выдерживает молоко без свертывания, тем оно свежее. К 10 мл нормального свежего молока можно прибавить 0,8—1,0 мл 0,1 N раствора кислоты и оно в данных условиях опыта не свертывается.

8. АЛКОГОЛЬНАЯ ПРОБА

К 3—5 мл молока в пробирке приливают равный объем 68° -ного спирта и содержимое пробирки взбалтывают. Если после этого не появляется хлопьев, то это указывает на то, что молоко можно считать свежим и кислотность его не выше 20° , появление хлопьев показывает на повышенную кислотность молока. По характеру коагуляции белков можно судить о кислотности его.

Зависимость между кислотностью молока и характером коагулировавшихся белков от спирта показана в табл. 20, составленной на основании массовых наблюдений.

Таблица 20

Характер коагулирования белков молока от 68-градусного спирта при различной кислотности молока

Кислотность молока (в °)	Характер коагуляции белков молока
21—22	Очень тонкие хлопья
22—24	Тонкие хлопья
24—26	Средней величины хлопья
26—28	Большие хлопья
28—30	Очень большие хлопья

Нельзя шкале, приведенной в табл. 20, придавать абсолютное значение, — она является только примерной. Вместо 68°-ного спирта можно пользоваться спиртом и иной крепости, но тогда начало коагуляции белков будет происходить при других градусах кислотности молока, что видно из табл. 21.

Таблица 21

Характер коагулирования белков молока от спирта различной крепости

Крепость спирта (в °)	Характер коагуляции белков молока	Кислотность молока (в °)
44	Тонкие хлопья	27,0
52	" "	25,0
60	" "	23,0
68	" "	20,0
70	" "	19,0
72	" "	18,0

9. АЛКОГОЛЬНОЕ ЧИСЛО

В коническую колбу или химический стакан емкостью 50 мл наливают 2 мл молока, затем из бюретки при постоянном помешивании молока прибавляют спирт, пока не начнут выделяться хлопья казеина. Спирт применяется 90—80—70°-ный.

Количество спирта, прибавленного к 2 мл молока для выделения хлопьев казеина, носит название «алкогольного числа». Обязательно указание крепости спирта.

Сущность метода. Между количеством спирта, которое необходимо прилить в молоко для коагуляции белков, числом микроорганизмов и числами редуктазы есть известная зависимость. Можно принять, что:

- 1) при числе микробов до 200 тыс. в 1 мл молока нужно больше, чем 4 мл 80°-ного спирта на 2 мл молока;
- 2) при числе микробов от 1200 тыс. до 4 млн. требуется 2—4 мл того же спирта;
- 3) при числе микробов больше 4 млн. нужно меньше 2 мл 80°-ного спирта;
- 4) при очень большом числе бактерий (больше 20 млн.) требуется меньше 2 мл 70°-ного спирта.

10. КИСЛОТНАЯ ПРОБА

10 мл исследуемого молока отмеривают пипеткой (или меркой) в тонкостенные химические пробирки диаметром 1,8 см, длиной 15 см. К молоку в пробирке прибавляют 1,5 мл раствора уксусной кислоты (реактив 49). После быстрого перемешивания содержимого пробирку погружают выше уровня молока в воду, нагретую до 80°, где и выдерживают ровно 3 мин. По истечении этого времени пробирку вынимают из воды и оценивают характер сгустка. Погружение пробирок в воду производят осторожно, помещая пробирки в штатив, устанавливаемый в водяной бане (подобие штатива для бутиметров).

По характеру сгустка разбивают исследуемое молоко на четыре группы (рис. 43).

I группа: сгусток ровный — молоко хорошее (рис. 43-а).

II группа: крупные хлопья, равномерно распределенные по всей пробирке, — такое молоко, при небольшой примеси его к хорошему, обычно не вызывает вспучивания сыров (рис. 43-б).

III группа: а) сгусток поднялся кверху, внизу осталась некоторая часть сгустка, — молоко может вызвать вспучивание сыра (43-д); б) сгусток весь поднялся кверху, — сыр из такого молока обычно бродит (рис. 43-г).

IV группа: а) сгусток весь спустился — молоко кислое (рис. 43-в); б) большая часть сгустка опустилась на дно пробирки, небольшая часть поднялась, — молоко с повышенной кислотностью и грязное.

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАТАЛАЗЫ

а) В каталазниках:

Определение каталазы производится в различно сконструированных для этой цели приборах.

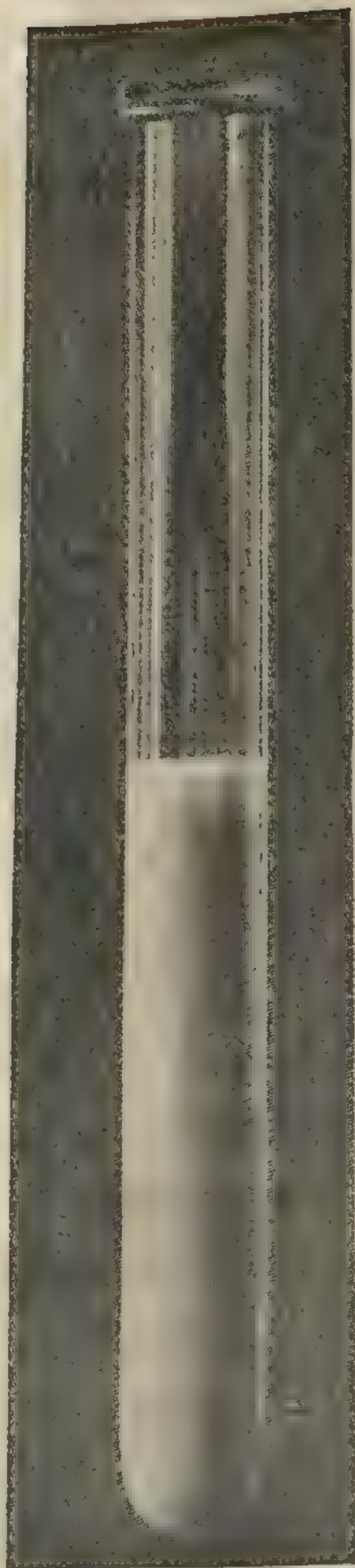
Наиболее распространенный у нас каталазник представлен на рис. 44.

Этот каталазник состоит из цилиндрического сосуда с плоским дном и входящей в него на резиновой пробке трубки, разделенной на миллиметры. Нижний конец трубки вытянут конусообразно.

При определении каталазы в сосуд наливают 15 мл исследуемого молока при температуре 25° и 5 мл 1%-ной H_2O_2 ; жидкости смешивают и тотчас же вставляют внутреннюю трубку, а затем отсчитывают уровень, на котором станет молоко во внутренней трубке, опуская или поднимая ее в резиновой пробке так, чтобы уровень приблизительно был около нулевой черты.



а

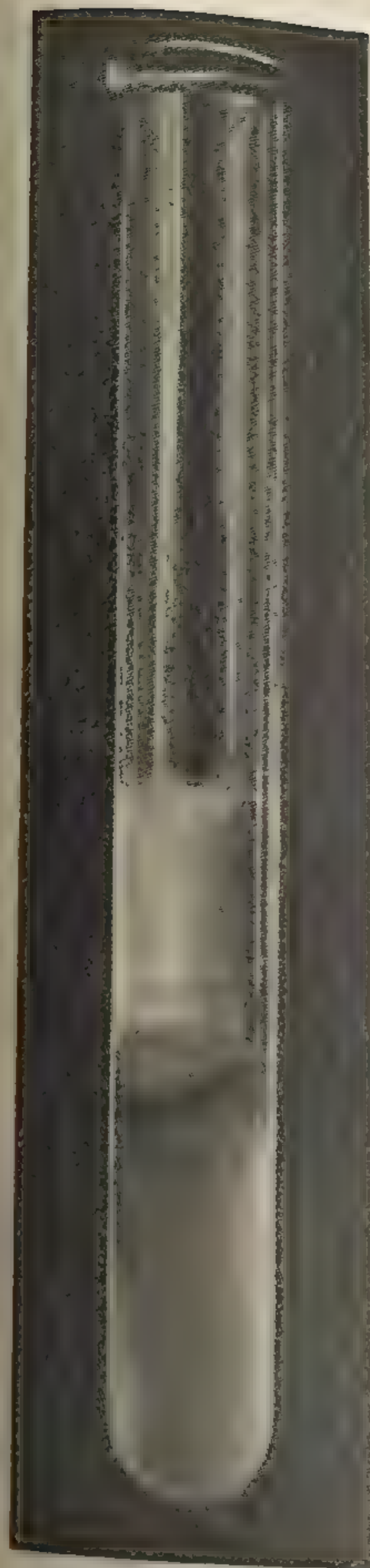


б

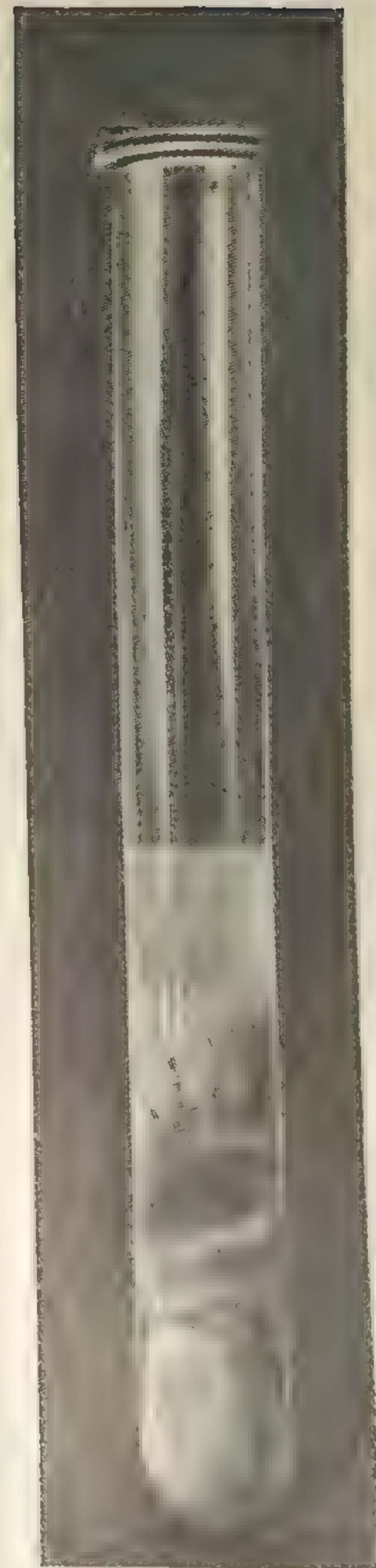


в

Рис. 43. Характер сгустков при кислотной пробе

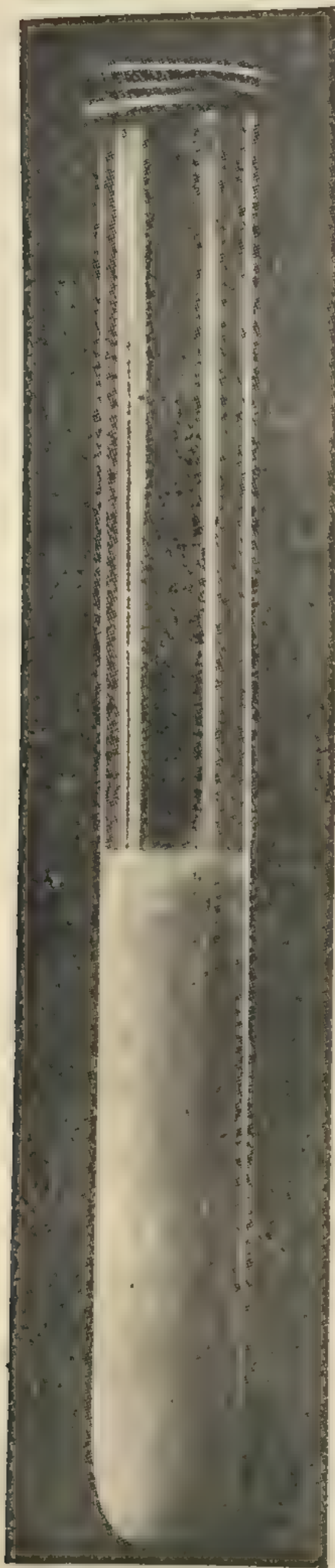


г

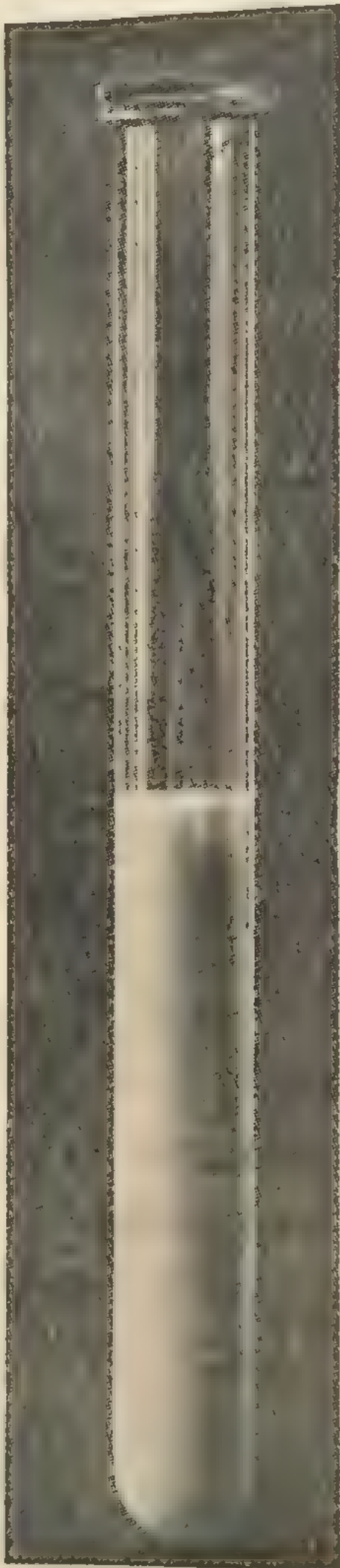


д

Рис. 43. Характер сгустков при кислотной пробе



а

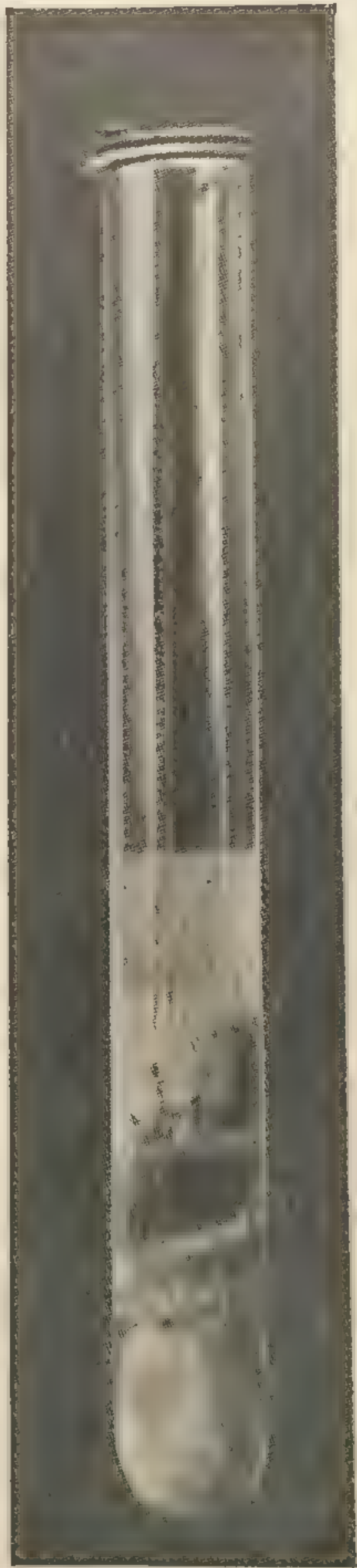
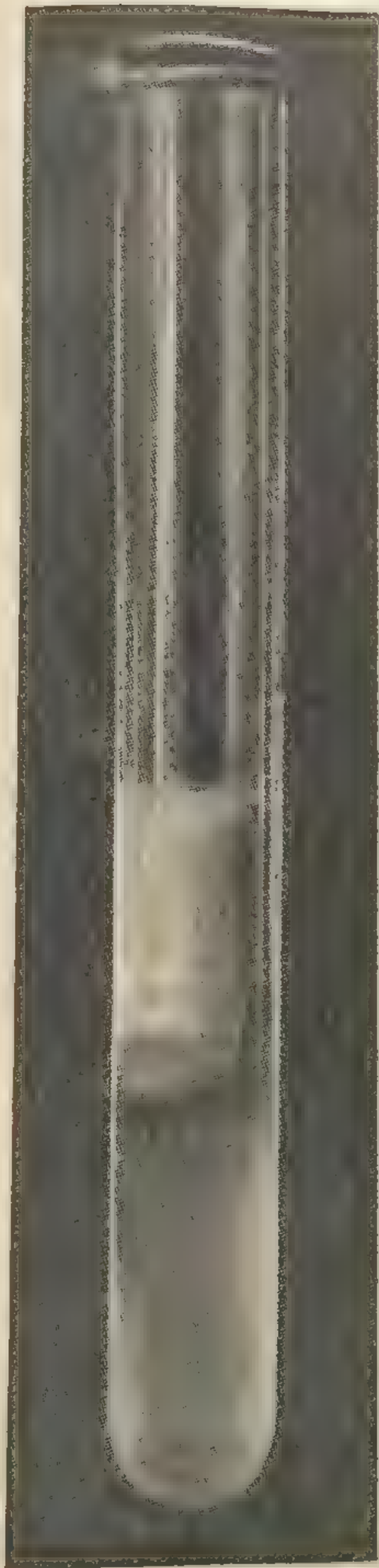


б



в

Рис. 43. Характер сгустков при кислотной пробе



Г Д
Рис. 43. Характер сгустков при кислотной пробе

Показания шкалы записывают. Каталазник погружают в воду при температуре 25° до уровня пробки, затем через 1/2 и 2 часа его вынимают из воды и отсчитывают высоту уровня. Разность уровней отсчитанного и первоначального показывает объем выделившегося газа (кислорода).

Каталазник, представленный на рис. 45, состоит из цилиндрического сосуда А, нижний конец которого сужен в виде горлышка и закрыт пробкой.

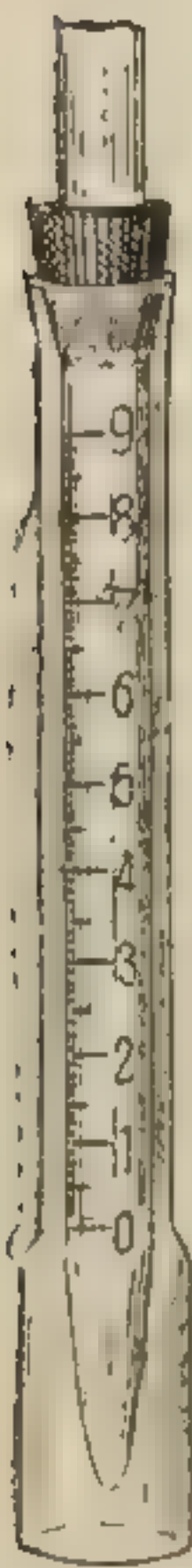


Рис. 44.
Ката-
лазник

В верхней части сосуда А, сбоку, припаяна короткая стеклянная трубка С, герметически закрываемая металлической гайкой. Верхняя часть каталазника В, закрытая подобным же образом, сообщается с сосудом А, в котором образуется газ, посредством тонкой трубочки Е, доходящей почти до верха каталазника. В верхнюю же часть каталазника впаяна трубочка f, идущая почти до дна, наружный конец которой дугообразно отогнут книзу.

Через верхнее отверстие d наливают в измерительную часть аппарата дистиллированную воду (25°) до начала делений (сверху) и крышку плотно не закручивают.

Затем отвинчивают крышку I и наливают в нижнюю часть аппарата 15 мл молока; крышку I вновь завинчивают и аппарат опускают на $1/4$ часа в воду при температуре 25° , погружая его до начала верхней трубки d так, чтобы вода не могла попасть внутрь аппарата.

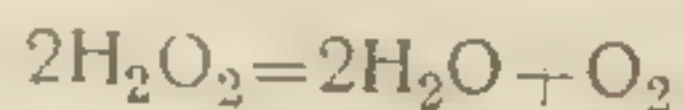
По прошествии указанного времени прибор вынимают из воды и, вновь отвинтив крышку I, вливают в молоко 5 мл 1%-ного раствора H_2O_2 ; крышку I вновь завинчивают; легким покачиванием смешивают жидкости и только тогда плотно завинчивают крышку над верхним отверстием d.

По шкале отмечают уровень воды в приборе и весь аппарат до линии k погружают в водяную баню, нагретую до температуры 25°. Образующийся в приборе газ (кислород) выходит через трубку E, давит на воду и вытесняет ее через изогнутую трубку f из аппарата, понижая уровень воды в приборе.

Через $\frac{1}{2}$ и 2 часа вынимают аппарат из бани, отмечают уровень жидкости и таким образом находят объем выделившегося газа.

Сущность метода. Количество каталазы в молоке до известной степени служит признаком отличия нормального молока от патологического и молозива. Если молоко свежее, а число каталазы большое, то это указывает на маститное молоко или молозиво.

Количество каталазы в молоке измеряется количеством кислорода, образовавшегося при разложении перекиси водорода H_2O_2 , введенной в молоко.



Рядом исследований выяснилось, что 15 мл свежего молока от здоровых коров в течение 2 час. при температуре 25° выделяет от 0,7 до 2,5 мл газа.

Патологическое молоко выделяет за тот же промежуток времени гораздо большее количество газа.

б) Методом титрования Зайковского и Алексеевой

Авторы предлагают устанавливать количество каталазы не по выделившемуся газообразному кислороду, а титрованием разложившейся перекиси водорода, которую прибавляют в молоко, и вычислением отсюда количества выделившегося кислорода.

К 2 мл свежего молока прибавляют 90 мл воды, 5 мл 0,3%-ного раствора перекиси водорода и все оставляют при комнатной температуре на $1/2$ часа. Одновременно берут вторую пробу этого же молока, предварительно прокипяченного и охлажденного, прибавляют к нему в таком же количестве воду и перекись водорода. После 30 мин. стояния обеих проб к ним прибавляют по 5 мл 10%-ного раствора H_2SO_4 и титруют 0,1 N раствором $KMnO_4$. Титрование прекращают, когда капля раствора $KMnO_4$ дает розовую окраску и не исчезает в продолжение примерно 15 сек. Исчезновение окраски в более поздний срок обуславливается не действием $KMnO_4$ на перекись водорода, но окислением органических составных частей молока.

Разница между числом 0,1 N раствора $KMnO_4$, идущего на титрование сырого и кипяченого молока, соответствует содержанию каталазы, и по количеству миллилитров $KMnO_4$ может быть выражено в миллиграммах кислорода (умножением на коэффициент 0,8).

12. РЕДУКТАЗНАЯ ПРОБА

Отбор образца и подготовка к анализу. Проба на редуктазу характеризует бактериальную загрязненность исследуемого молока. Поэтому при отборе образцов и выдерживании их до анализа необходимо соблюдать условия, предохраняющие молоко от дополнительного внесения микроорганизмов.

Тщательно перемешанный образец молока отбирают стеклянной пипеткой (промытой тем же молоком) и помещают в чистую стерилизованную колбу с затной, или тщательно притертой стеклянной, или хорошо пригнанной каучуковой пробкой.

Если образец не сразу поступает для исследования на редуктазу, его необходимо охладить до температуры, близкой к нулю, и выдерживать до анализа при температуре не выше $+6^\circ$. Но и при этих условиях срок между отбором образца и проведением редуктазной пробы не должен превышать 4 часа. Кроме тщательной мойки, редуктазные пробирки, пипетки и колбы должны быть про-

стерилизованы в автоклаве. Если автоклава нет, закрытые ватными пробками пробирки, колбы и пипетки нагревают в сушильном шкафу при 160° в течение 2 часов. Можно также чисто вымытые пробирки, колбы и пипетки перед проведением пробы прокипятить в чистой воде. Корковые пробки, которые следует применять для закрывания пробирок при смешивании молока с раствором метиленовой синьки, перед их употреблением также необходимо прокипятить в воде.

Пробы молока располагают в определенной последовательности и соответствующие им номера пишут восковым карандашом на редуктазных пробирках.

Ход определения. В стерилизованную редуктазную пробирку, или обычную химическую пробирку, или другой сосуд (рис. 46) нали-

вают стерилизованной пипеткой 1 мл раствора метиленовой синьки (реактив 50) и 20 мл молока. Закрыв пробирку чистой корковой пробкой или специальной крышечкой, смешивают молоко с раствором синьки. Потом пробирки ставят в ванну редуктазника (рис. 47). Ванну редуктазника наполняют водой, подогретой до 40° , с тем, чтобы уровень воды в ней был немного выше уровня молока в редуктазных пробирках после их наполнения. Температура ванны поддерживается во все время опыта постоянной (в пределах $38-40^{\circ}$).

Практически без особых приспособлений трудно сохранить в ванне постоянную температуру. Однако можно следить, чтобы температура



Рис. 46.
Редуктазник

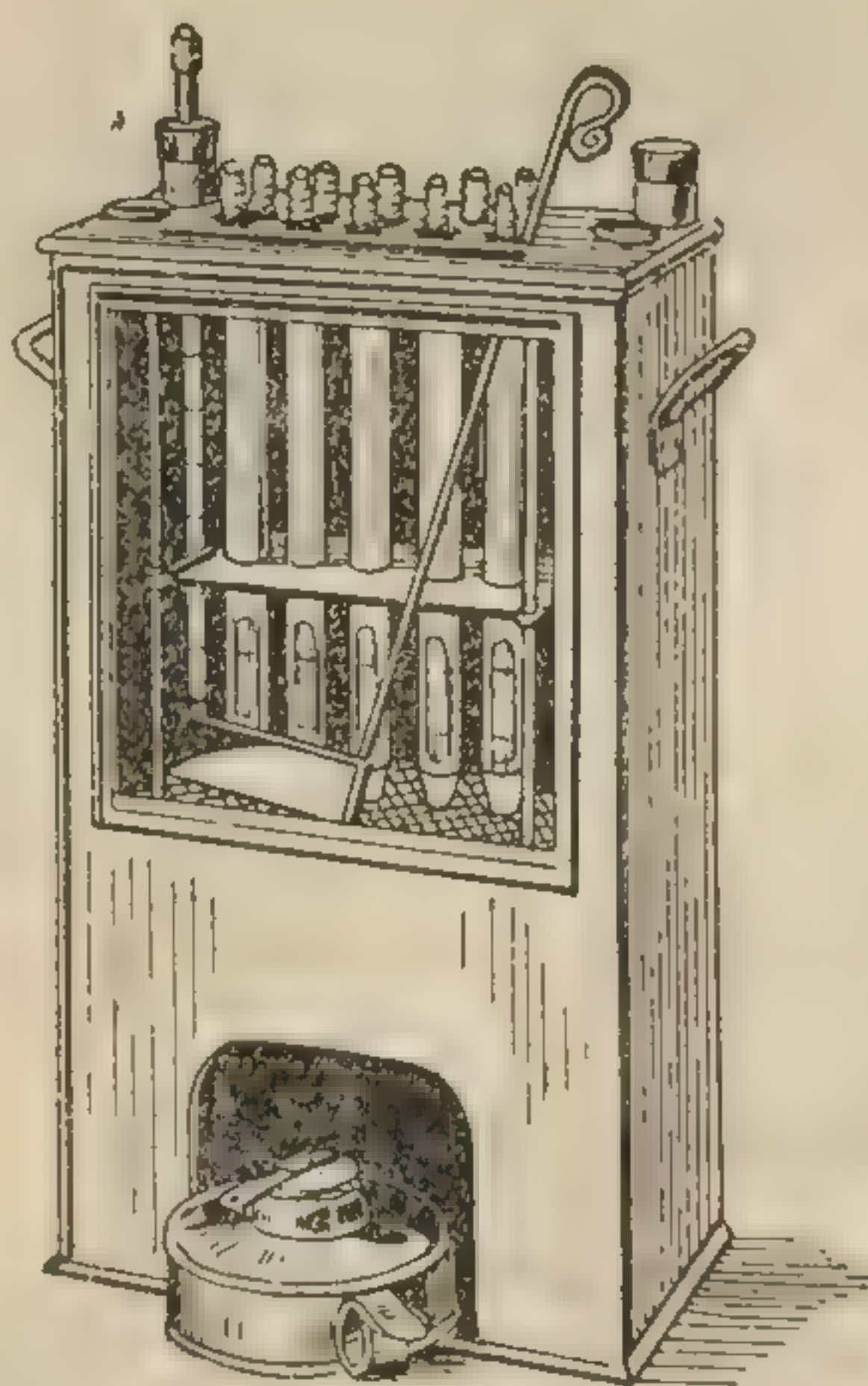


Рис. 47. Баня для
редуктазника

воды в ванне находилась в указанных выше пределах и регулировать температуру сливом остывшей воды и добавлением более теплой. Длительность обесцвечивания метиленовой синьки в известной степени зависит от температуры молока. За температурой наблюдают по погруженному в воду термометру.

Молоко с раствором метиленовой синьки смешивают как можно быстрее, так как длительность соприкосновения молока с воздухом также влияет на скорость обесцвечивания. Момент смешивания молока с метиленовой синькой записывают, как начало опыта. За

окраской
ванны 3
Оконч
когда мо
судят по
разного
окраска

При
локо в
из ванны
При
пробирки
жительно
класса

Продолж
обесц

20 мин.
От 20 м
От 2 ч
От 5,5

Сушн
ют ферм
синьку —

Чем с
редуктаз
нов выра
ба дает

На
даже
можно

окраской молока в пробирках наблюдают сквозь боковые стекла ванны 3 раза, а именно: через 20 мин., 2 часа и 5,5 час.

Окончанием испытания на редуктазу следует считать момент, когда молоко в пробирках примет белый цвет. Об окраске молока судят по средней части пробирок. Наличие окрашенного кольцеобразного слоя в верхней трети пробирки или наблюдаемая иногда окраска небольшой части внизу пробирки в расчет не принимается.

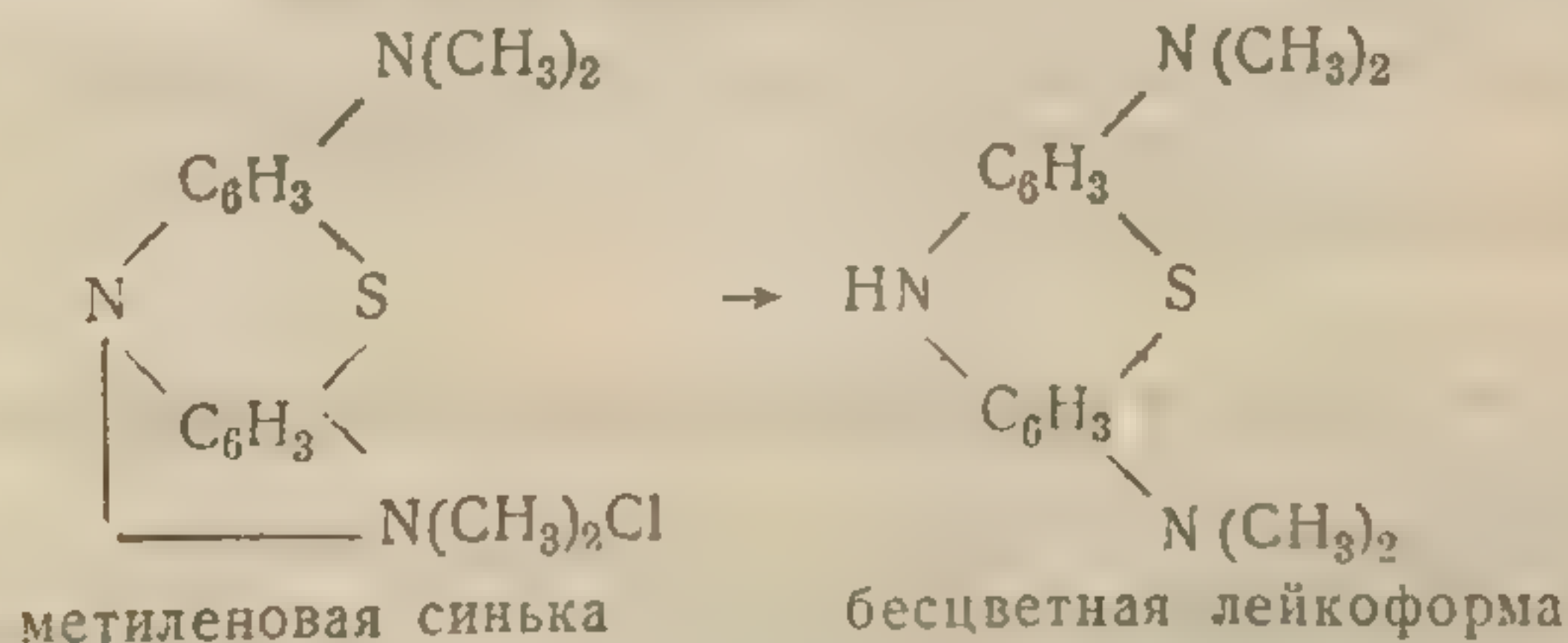
При каждом наблюдении записывают номера тех пробирок, молоко в которых обесцветилось, после чего эти пробирки удаляют из ванны.

При последнем просмотре (через 5,5 часа) записываются также и пробирки с необесцветившимся молоком. В зависимости от продолжительности времени обесцвечивания молоко разделяют на четыре класса (табл. 22).

Таблица 22

Продолжительность обесцвечивания	Приблизительное количество бактерий в 1 мл молока	Оценка качества молока	Класс
20 мин. и менее	20 млн. и выше	Очень плохое	IV
От 20 мин. до 2 час.	от 4 млн. до 20 млн.	Плохое	III
От 2 час. до 5,5 час.	от 500 тыс. до 4 млн.	Удовлетворительное	II
От 5,5 час. и более	менее 500 тыс.	Хорошее	I

Сущность метода. Микроорганизмы, развиваясь в молоке, вырабатывают фермент редуктазу, которая восстанавливает краску — метиленовую синьку — в ее бесцветное лейкосоединение.



Чем больше в молоке будет микроорганизмов, способных выделять фермент редуктазу, тем быстрее произойдет обесцвечивание. Не все виды микроорганизмов вырабатывают одинаковое количество редуктазы, поэтому редуктазная проба дает только относительное, но не абсолютное количество микроорганизмов.

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРОКСИДАЗЫ (степени нагревания молока)

Наличие в молоке фермента пероксидазы, не выдерживающего даже короткого нагревания до температуры выше 80°, дает возможность выяснить, было ли молоко нагрето выше этой темпера-

туры или нет. Наличие пероксидазы устанавливают, вводя в жидкость перекись водорода и вещество, которое, окисляясь, меняет свой цвет.

Пероксидаза выделяет кислород из перекиси водорода, который и производит окисляющее действие, и, таким образом, по изменению окраски судят о присутствии этого фермента.

Пастеризованное молоко, нагретое до температуры выше 80° , не дает реакции на пероксидазу.

а) Реакция с иодкальевым крахмалом

К 2 мл молока прибавляют 5 капель раствора иодкальевого крахмала (реактив 51), 1 каплю 2%-ного раствора перекиси водорода и все перемешивают.

Сырое молоко очень быстро принимает темноголубую окраску, нагретое же выше 80° остается без изменения.

б) Реакция с парафенилендиамином

К 5 мл молока в пробирке прибавляют 1 каплю 2%-ного раствора перекиси водорода и 2—3 капли 2%-ного раствора парафенилендиаминхлоргидрата (реактив 52). Молоко, не подвергавшееся нагреванию, а равно молоко, нагревавшееся непродолжительное время до температуры не выше 80° , синеет, нагретое же остается без изменения окраски.

Молоко, которое в течение 5 мин. нагревалось до температуры 75° или в течение 50 мин. до 70° , также не синеет.

Некоторые химические вещества (двухромовокислый калий, формалин и т. д.) препятствуют реакции. Не всегда она удается и с сильно кислым молоком.

в) Реакция с парафенилендиамин-гваяколом

Эта реакция является точной и действительной при нахождении в молоке таких консервирующих веществ, как формалин, борная, салициловая кислота и хлороформ. Реактив парафенилендиамин-гваякол прозрачен, бесцветен и держится долго, не утрачивая способности вызывать окрашивание.

Около 5 мл молока наливают в пробирку, куда вносят 2 капли 0,3%-ного раствора перекиси водорода и 2 капли реактива (реактив 53); при этом ненагретое молоко становится фиолетово-синим; молоко, нагретое до температуры выше 80° , остается белым. Окрашивание должно наступить в течение 1—2 мин.

Отчетливее реакция получается не с молоком, а с молочной сывороткой; для этого 50 мл молока смешивают с 9 мл свиного уксуса (реактив 54), взбалтывают и отфильтровывают.

14. ЛАКТОАЛЬБУМИНОВАЯ ПРОБА

Лактоальбуминовая проба для открытия нагревания молока имеет преимущество перед другими реакциями, давая возможность установить нагревание молока до температуры выше 80°, даже если оно после этого стояло продолжительное время и в нем успели развиваться микроорганизмы.

Кроме того, лактоальбуминовой пробой совместно с реакцией с парафенилендиаминном можно доказать, что молоко было нагрето от 75 до 85°.

Лактоальбумин, содержащийся в сыром молоке в растворенном виде, при кратковременном нагревании до 85° свертывается, на чем и основывается лактоальбуминовая проба. 5 мл молока разбавляют 20 мл дистиллированной воды и смешивают с 3 мл 0,1 N раствора уксусной кислоты (0,6 %-ной). Казеин выпадает в мелких хлопьях; при этом нужно избегать избытка уксусной кислоты, — часть казеина может раствориться. Жидкость фильтруют до полной прозрачности фильтрата. Прозрачный фильтрат кипятят. Если сыворотка содержит альбумин, то прозрачная жидкость мутнеет при кипячении.

Если молоко было раньше нагрето до температуры выше 50°, то альбумин в нем находится в свернувшемся состоянии, и поэтому при отфильтровании сыворотки он остается с казеином на фильтре и сыворотка при кипячении не мутнеет от выпадающего альбумина.

Приблизительная чувствительность лактоальбуминовой пробы показана в табл. 23.

Таблица 23.

Выпадение альбумина в сыворотке молока, нагретого до различных температур

Температура нагревания молока (в °C)	Продолжительность нагревания					Объяснение знаков
	1 мин.	5 мин.	10 мин.	15 мин.	30 мин.	
75	+	+	+	+	+	+ясное помутнение сыворотки—положительная реакция
79	+	+	+	+	+	
81	±	±	—	—	—	±слабое помутнение
83	±	±	—	—	—	—при нагревании сыворотка не мутнеет—отрицательная реакция
85	±	—	—	—	—	
86	—	—	—	—	—	

15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЛИТЕЛЬНОЙ ПАСТЕРИЗАЦИИ МОЛОКА [19]

5 мл молока вливают в пробирку, прибавляют 5 капель 0,5 %-ной водной суспензии животного угля, встряхивают и ставят пробирку в водяную баню при температуре 38° на 2 часа. По истечении этого времени сырое молоко под слоем сливок образует черное кольцо. Молоко, пастеризованное длительным способом (30 мин. при 75—63°), кольца не образует.

16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИЛАЗЫ

5 пробирок ставят в ряд, наливают в каждую по 10 мл молока и затем последовательно прибавляют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мл 1%-ного растворимого крахмала. Содержимое пробирок смешивают, нагревают на водяной бане до 37°, после чего держат 50—60 мин. в термостате при той же температуре. После охлаждения пробирок в холодной воде и при тщательном перемешивании прибавляют 3 мл иод-иодкальевого раствора (реактив 51) и 5 мл 5%-ного раствора уксусной кислоты. Через 1—2 мин. жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в коническую колбу. Наблюдают окраску фильтрата. Присутствие амилазы дает чисто желтый фильтрат. Молоко без амилазы (нагретое) дает следующие цвета.

с 0,1 мл крахмала — чистое желтое,	с 0,3 мл крахмала — луково-красное,
„ 0,2 „ — серо-желтое с	„ 0,4 „ — сине-фиолетовое,
наклонностью к	„ 0,5 „ — сине-фиолетовое.
розовому,	

В сыром молоке желтый цвет остается даже при прибавлении 0,9 мл крахмала.

17. ПРОБА НА БРОЖЕНИЕ

Пробу на брожение производят следующим образом. В широкие пробирки (вместимостью 25—30 мл) наливают молоко высотой на 1 см ниже верхнего края пробирок, закрывают металлическими ша-

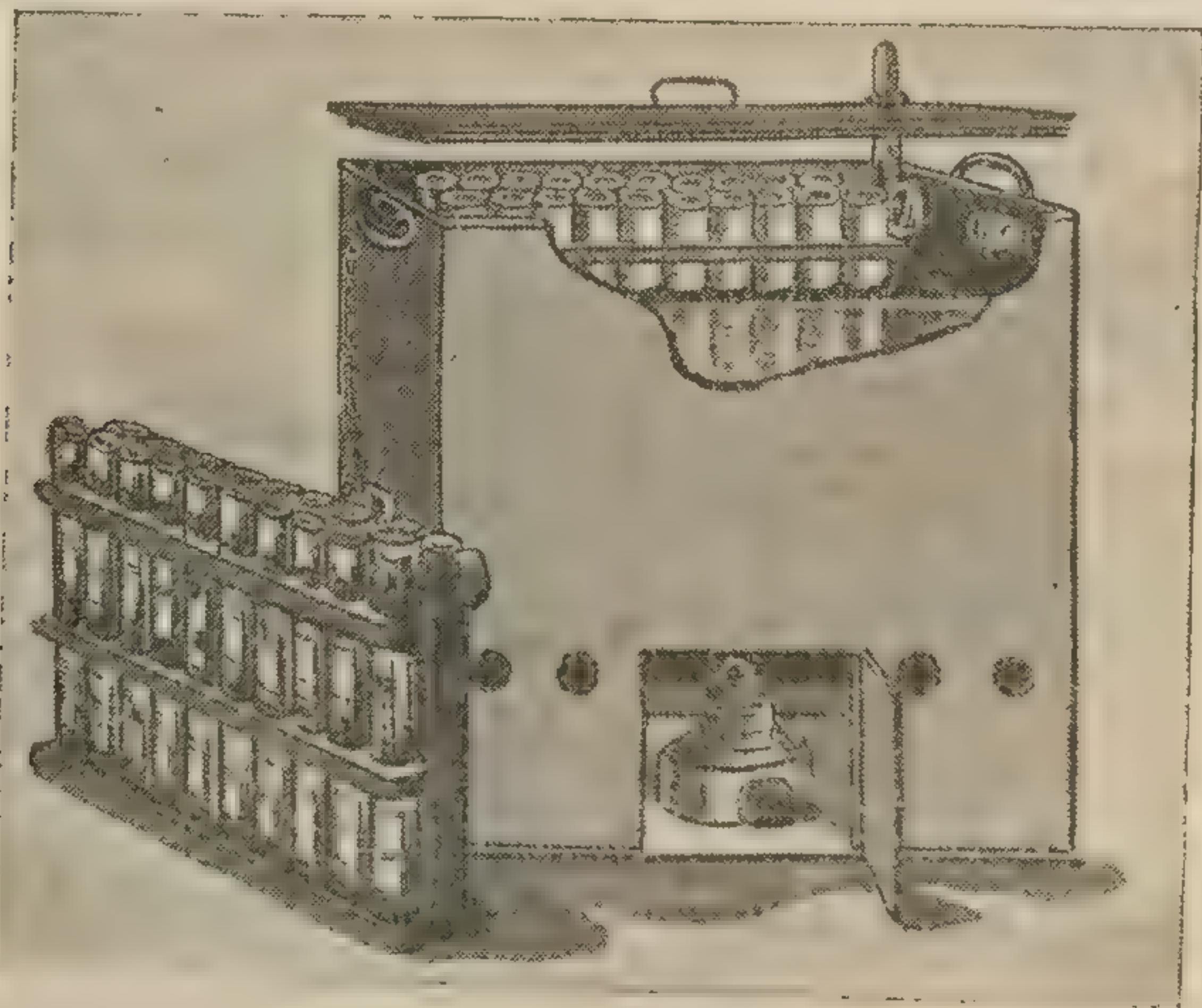


Рис. 48. Прибор на брожение

почками (лучше ватными пробками) и ставят в баню для брожения (рис. 48) при температуре 40°. Подставив под баню маленькую лампочку, поддерживают температуру приблизительно в пределах 38—

40° в течение 12 час., после чего пробирки вынимают, записывают по известной схеме изменения, происшедшие в молоке, и вновь ставят пробы в ту же баню еще на 12 час., после чего опять просматривают пробирку и записывают изменения в состоянии молока. Опыт удобнее производить в водяной бане с газовым или электрическим нагреванием и автоматическими регуляторами или в термостате. Необходимо обращать внимание на пользование только совершенно чистыми (лучше—стерилизованными) сухими пробирками, которые надлежит после испытания тщательно очищать.

После 12 час. стояния пробирок в бане оценивают все пробы по внешнему виду; хорошим признаком является, если пробы еще жидки или если замечаются только первые признаки свертывания. Особенно не прочным следует признать молоко, пробы которого через 12 час. дали сгусток и вспучились от образовавшегося газа.

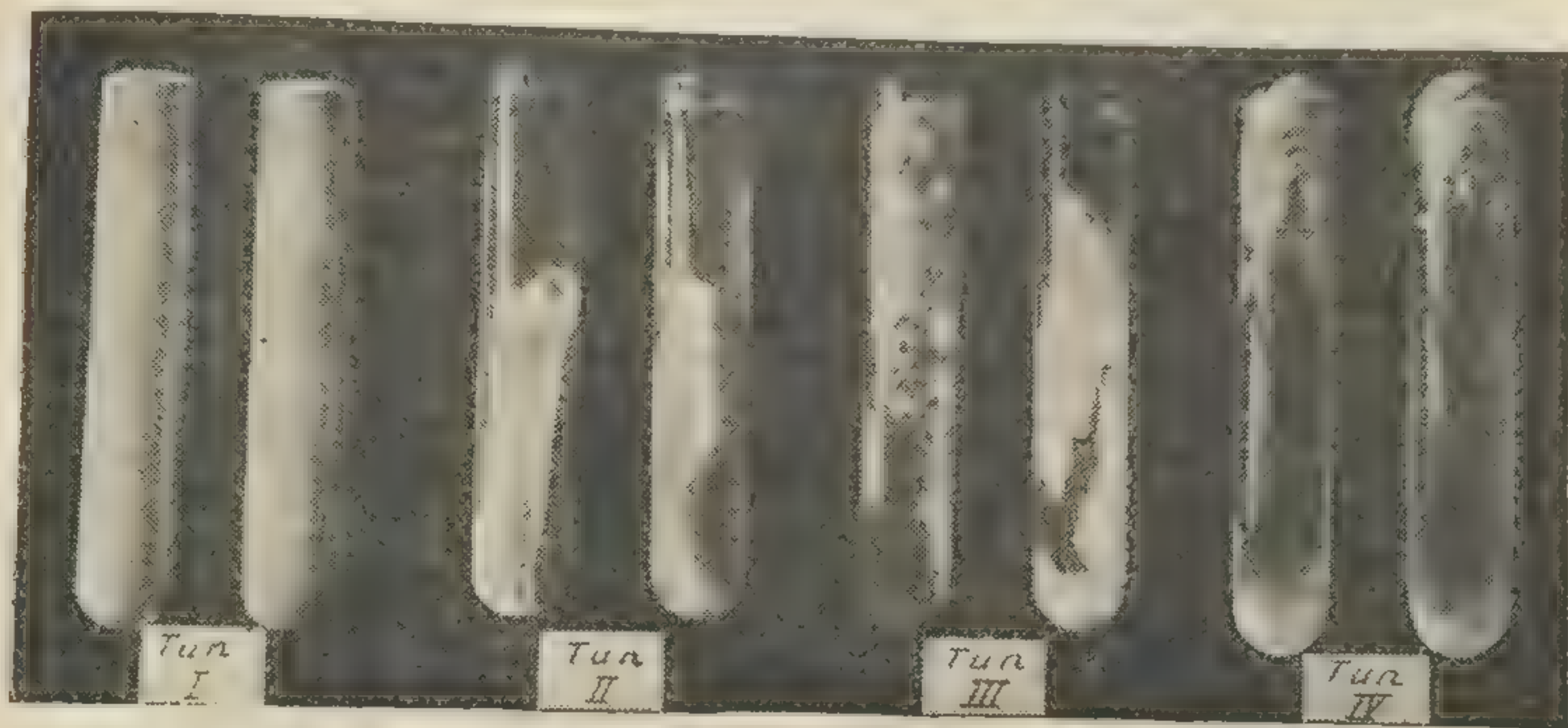


Рис. 49. Характер сгустков на брожение

Вторично оценивают пробы спустя еще 12 час. По истечении этого времени молоко должно свернуться. Сгусток должен иметь вид однородного желе без выделения сыворотки, газов, с приятным, чистым кислотным запахом. Хлопьевидные сгустки, выделение газов, сыворотки указывают на присутствие в молоке пептонизирующих и гнилостных бактерий.

После второй оценки в пробах определяют кислотность, характеризующую протекавшие процессы брожения во время выдерживания проб в бане. Характер изменения проб в бродильном аппарате отмечают условными буквами (по табл. 24), сравнивая их со сгустками, помещенными на рис. 49 (типы B-D).

Таблица 24

Таблица оценки проб на брожение

- Тип А — проба жидкая, свертывание еще не наступило.
- А₁ — молоко совершенно жидкое, сладкого или чистого кислого вкуса.
 - А₂ — под слоем сливок замечается немного сыворотки, но свертывания не заметно.

Тип A_3 — проба начала свертываться.

Тип I—Б — проба желатинообразная; равномерный сгусток, похожий на желе, без значительного выделения сыворотки.

B_1 — сгусток, похожий на желе, без всякого выделения сыворотки.

B_2 — заметно несколько полосок и пустот с сывороткой в сгустке.

B_3 — полосы, пустоты с сывороткой или трещины в сгустке, слабое выделение сыворотки.

Тип II—В — проба сыровидная; сгусток более или менее уплотнился в сырок, выделившаяся сыворотка зеленоватого цвета и слегка кислая.

B_1 — сгусток только начал стягиваться в сырок; выделение сыворотки слабое.

B_2 — сырок сжался, зеленоватая и слабо кислая сыворотка.

B_3 — сырок сильно сжался, отчасти волокнист; сыворотка скорее беловатого цвета.

Тип III—Г — сгусток выпал в виде зерен или хлопьев; выделившаяся сыворотка беловатая, желтоватая или какого-либо другого ненормального цвета.

G_1 — сгусток мелкозернист.

G_2 — сгусток крупнозернист, выделение сыворотки заметное

G_3 — сгусток разорван, состоит из крупных хлопьев, сыворотка беловатая или другого ненормального цвета.

Тип IV—Д — проба бродит; замечается в большей или меньшей степени газообразование.

D_1 — пузырьки газа в сливочном слое или в сгустке.

D_2 — весь сгусток и сливки пронизаны пузырьками газа.

D_3 — сгусток совершенно вспучился, как губка.

Особые явления, которые следует отмечать вместе с обозначением типа пробы:

Гр. — грязные сливки или грязный осадок на дне.

Восп. — осадок на дне от воспаления вымени у коров.

Тяг. сл. — тягучие сливки.

Тяг. сыв. — тягучая сыворотка.

Горьк. — горький вкус.

Зап. — сильный, дурной запах (особенно у проб с грязью или от коров, больных воспалением вымени).

Типы сгусток, подчеркнутые один раз, показывают на молоко подозрительное для сыроделия, подчеркнутые два раза — опасное для сыроделия.

18. СЫЧУЖНО-БРОДИЛЬНАЯ ПРОБА

В чисто вымытые широкие пробирки, хорошо просушенные и ополоснутые 2—3 раза тем молоком, из которого хотят брать пробу, наливают около 30 мл молока, затем вносят в каждую пробирку по 1 мл раствора сычужной закваски и хорошо перемешивают.

Раствор сычужной закваски готовят растворением около 0,5 г продажного сычужного порошка (для отворачивания молока при сыроварении) в 100 мл воды, нагретой до температуры 30°.

Пробирки с заквашенным молоком ставят на 12 час. в водяную баню при температуре 38—40°, после чего вынимают из бани и осматривают.

Нормальное доброкачественное молоко сквашивается в течение 20 мин. и после 12 час. стояния в бане дает совершенно однородный, плотный сгусток, с прозрачной сывороткой.

- Порочное молоко характеризуется следующими признаками:
- а) запах затхлый, кислый или дрожжевой;
 - б) вкус соленый, горький или мыльный;
 - в) слой сливок приподнят и пронизан пузырьками;
 - г) под слоем сливок (осторожно приподнять палочкой сливки) образуется тонкий слой желто-зеленой жидкости или тягучего молока;
 - д) сгусток неравномерный, хлопьеобразный, на дне песочный, зернистый осадок и грязь;
 - е) молоко не свернулось.



Рис. 50. Характер сычужно-бродильных проб

После первого осмотра и удаления порочного молока пробы помещают еще на 10 час. в водяную баню при той же температуре; по истечении этого срока их вновь осматривают (всего через 22 часа после наполнения пробирок молоком) и характеризуют по пятибалльной оценке (рис. 50).

Сб₁— нормальный сырок с гладкой поверхностью, упругий наощупь, без глазков на продольном разрезе; прозрачная сыворотка, не тягучая, не горькая 5 баллов

<u>Сб₂</u> — сырок губчатый, мягкий наощупь, с многочисленными глазками	4 балла
<u>Сб₃</u> — сырок разорванный, нецельный	3
<u>Сб₄</u> — собственно сырка нет, молоко обладает слишком низкой способностью свертываться от действия сычужного фермента, в пробирке рыхлая масса; сыворотка часто мутная	2 балла
<u>Сб₅</u> — сырок бродит, поднялся кверху под влиянием развивающихся газов, на разрезе губчатый	1 балл

Типы сгустков, подчеркнутые один раз, показывают на молоко, подозрительное для сыроделия, подчеркнутое два раза — на молоко, опасное для сыроделия.

19. ЛЕЙКОЦИТНАЯ ПРОБА

Определение в молоке количества клеточных элементов (лейкоцитов, эритроцитов, эпителия, бактерий) имеет большое значение для распознавания маститного молока и молозива. Центрифугированием молока в специальных пробирках отделяют все клеточные элементы в суженный конец пробирки и о количестве последних судят по толщине выделившегося слоя.

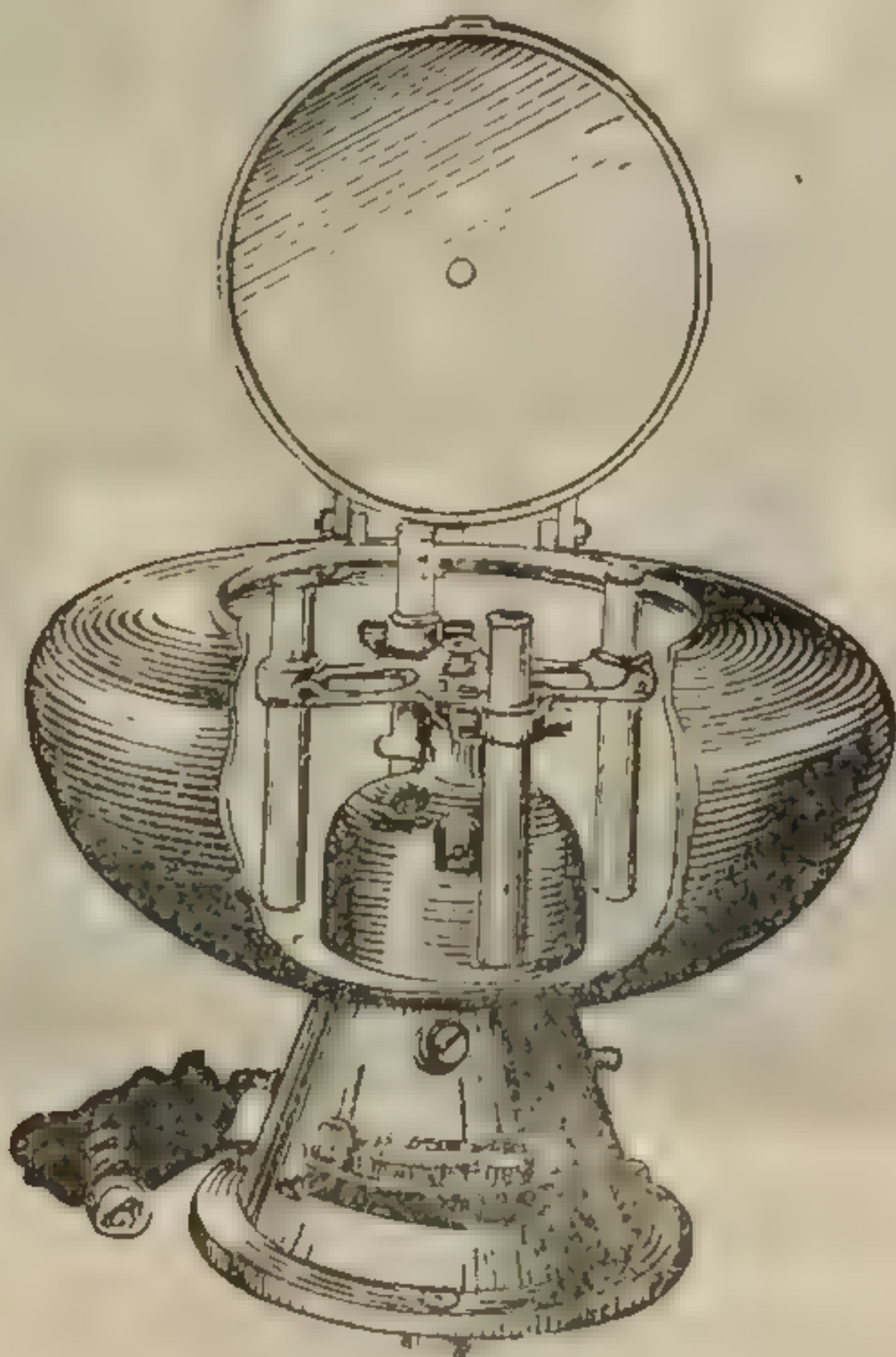


Рис. 51. Центрифуга для определения лейкоцитов



Рис. 52. Пробирка для центрифугирования



Рис. 53. Пробирки для лейкоцитов с пробочками

Для центрифугирования сконструированы специальные центрифуги (рис. 51) и пробирки (рис. 52).

В пробирки наливают 10 мл профильтрованного через вату молока и центрифугируют 5 мин. при 1200 об/мин.

Пробы м
следы желто
до цифры 1
на на воспа
исследовани
уверенность
ние все-таки
Пробирки
пробок. Они
капилляр, вз
При под
скому иссле
большого ко
кокков или с
бов. Для ис
его количес
окрашивают
дованиях.
При цент
бирается гря
часто затруд
молочная гр
частся серо
слоя лейко
разграничен

Небольш
в чистой про
2 мл 3%-но
затем добав
В пригото
зубемого мо
30 сек. жид
тельна, прич
в молоке пр
Данная
чаемой про
ром беззид
сухой кисл
ую бумаж
кисл водор
20—30 сек.
Сушност
шего веще
при дальне
сящее веще

Пробы молока здоровых коров показывают при этом только следы желтоватого осадка. Если осадок в пробирке занимает объем до цифры 1 (что соответствует 1 мл), то проба молока подозрительна на воспаление вымени (мастит) и требуется микроскопическое исследование его, а при объеме в 2 мл можно уже иметь большую уверенность в наличии мастита, хотя микроскопическое исследование все-таки необходимо.

Пробирки с пробками, показанные на рис. 53, удобнее, чем без пробок. Они позволяют, открыв пробку, закрывавшую вытянутый капилляр, взять осадок для микроскопического исследования.

При подозрении на мастит осадок подвергают микроскопическому исследованию. Мастит устанавливают нахождением в осадке большого количества лейкоцитов, характерных цепочек стрептококков или скоплением большого количества кокковых форм микробов. Для исследования осадка платиновой петлей берут небольшое его количество, делают мазок на покровное стекло, фиксируют и окрашивают обычным способом, как при бактериологических исследованиях.

При центрифугировании молока, кроме лейкоцитов, в осадке собирается грязь, частички навоза, волосы, хлопья белка и т. д., чем часто затрудняется определение толщины слоя лейкоцитов. Обычно молочная грязь оседает в нижней вытянутой части пробирки и отличается серовато-черной окраской от окрашенного в желтый цвет слоя лейкоцитов, но очень часто разница в окраске не резкая, и разграничение слоев затруднительно.

20. ОТКРЫТИЕ КРОВИ И ГНОЯ

Небольшое количество бензидина (на кончике ножа) растворяют в чистой пробирке в 2 мл чистого 96-градусного спирта, прибавляют 2 мл 3%-ного раствора перекиси водорода, сильно встряхивают и затем добавляют 3—4 капли ледяной уксусной кислоты.

В приготовленный таким образом раствор вливают 4—5 мл исследуемого молока. При наличии в молоке крови или гноя через 20—30 сек. жидкость окрашивается в темносиний цвет. Реакция чувствительна, причем она наступает и в том случае, если кровь находилась в молоке продолжительное время.

Данная проба может проводиться бензидиновой бумажкой, получаемой пропитыванием фильтровальной бумаги спиртовым раствором бензидина и последующего высушивания. Смешивают 1 мл уксусной кислоты с 5—6 мл молока и в смесь погружают бензидиновую бумажку, после чего ее ополаскивают 3%-ным раствором перекиси водорода (1 мл). При наличии крови в молоке полоска через 20—30 сек. окрашивается в темносиний цвет.

Сущность бензидиновой пробы заключается в разрушении красящего вещества крови (гемоглобина) перекисью водорода, причем при дальнейших химических реакциях из бензидина образуется красящее вещество хинонфеноламин, дающее темносинюю окраску.

21. АММИАЧНАЯ ПРОБА

Свежее чистое молоко не содержит аммиака. В сильно загрязненном молоке, богатом бактериями, особенно гнилостными, образуется аммиак, поэтому нахождение его указывает на скверное в гигиеническом отношении качество молока.

Для открытия аммиака берут 10 мл молока, смешивают их с 10 мл 10%-ного раствора трихлорида и фильтруют. К фильтру постепенно прибавляют фильтрованную 3%-ную известковую воду, пока не наступит щелочная реакция. Присутствие аммиака вызовет черный осадок, растворимый в избытке известковой воды.

22. ВИТАМИНЫ

а) Определение витамина С

Химическим методом, получившим широкое распространение, является метод, основанный на титровании аскорбиновой кислоты (витамин С) реактивом 2,6-дихлорфенолиндофенолом.

1) Метод Девяткина и Дорошенко [20] заключается в осаждении редуцирующих веществ и пигментов уксуснокислым свинцом и в обработке раствора сероводородом для восстановления обратимо окисленной формы аскорбиновой кислоты. Метод разработан для молока и при сравнении с биологическим методом дает удовлетворительные результаты.

К 25 мл молока в небольшой конической колбе прибавляют 1 мл 17%-уксусной кислоты, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый бумажный фильтр или тонкий слой ваты в сухую колбу емкостью около 100 мл. Из полученного фильтрата отмеривают 10 мл в коническую колбу, прибавляют 0,4 г мела (на кончике ножа), 5 мл 5%-ного раствора уксуснокислого свинца в 5%-ной уксусной кислоте, размешивая после добавления каждого реактива, и тотчас фильтруют через плотный фильтр. Полученный фильтрат должен быть совершенно прозрачным, в противном случае его вторично пропускают через тот же фильтр. К 5 мл фильтрата добавляют 2,5 мл 80%-ного раствора уксусной кислоты и сейчас же титруют из микробюретки 0,001 N раствором 2,6 дихлорфенолиндофенола (реактив 56) добавляя его по 1—2 капли до не исчезающего в течение 30 сек. слабозеленого окрашивания. Титрование ведут в токе углекислого газа (рис. 54). Все операции (осаждение, фильтрование, титрование) должны производиться быстро, и определение продолжается в общей сложности не более 15—20 мин.

Содержание аскорбиновой кислоты в 1 кг молока находят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot 1,04 \cdot 1,5 \cdot K \cdot 100 \cdot 0,97}{5 \cdot 11,4}, \quad (1)$$

где: X — число мг аскорбиновой кислоты в 1 кг молока,
A — число мл 2,6-дихлорфенолиндофенола, пошедших на титрование 5 мл фильтрата,

- 1,04 — коэффициент разведения молока,
 1,5 — коэффициент разведения сыворотки,
 К — поправка на титр индикатора,
 5 — число мл фильтрата, взятых для титрования,
 11,4 — коэффициент перехода от мл индикатора к мг аскорбиновой кислоты,
 1000 — расчет на 1000 г молока,
 0,97 — коэффициент перевода объема молока на вес.

Так как коэффициенты разведения молока и сыворотки — величины постоянные, так же как и количество фильтрата для титрования, коэффициент 11,4 и величина 0,97, то уравнение (1) можно привести к следующему виду:

$$X = 357,7 \cdot a \cdot K. \quad (2)$$

Для определения в молоке обратимо-окисленной формы аскорбиновой кислоты поступают следующим образом: 25 мл молока обрабатывают по предыдущему уксусной кислотой, фильтруют, добавляют мел и раствор уксуснокислого свинца. После этого, не фильтруя, пропускают в течение 5 мин. в раствор ток сероводорода затем фильтруют. Для удаления сероводорода в фильтрат пропускают ток углекислоты до исчезновения следов сероводорода (проба бумажкой, смоченной раствором уксуснокислого свинца).



Рис. 54. Титрование в токе углекислого газа

Дальше поступают, как и в первом случае, т. е. к 5 мл фильтрата, освобожденного от H_2S , добавляют 2,5 мл 80%-ной уксусной кислоты и титруют 2,6-дихлорфенолиндофенолом в токе CO_2 .

Подставляя в формулу (2) вместо а количество миллилитров 0,001 N 2,6-дихлорфенолиндофенола, пошедших на титрование после действия сероводородом, находят общее количество аскорбиновых кислот.

Содержание обратимо-окисленной формы аскорбиновой кислоты находят по разности между вторым и первым определением.

2) Упрощенные методы. К 50 мл молока в конической колбе прибавляют 4 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты. После взбалтывания приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, взбалтывают и фильтруют. Из фильтрата отмеривают 25 мл в коническую колбу и титруют из микробюретки 0,001 N раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолом.

Если хотят титровать в голубой области (отчетливее улавливается конец титрования), то к сыворотке прибавляют 7,5 насыщенного раствора уксуснокислого натрия.

Количество миллилитров раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола, пошедших на титрование, умножают на 2,4, — получают количество краски на 50 мл молока.

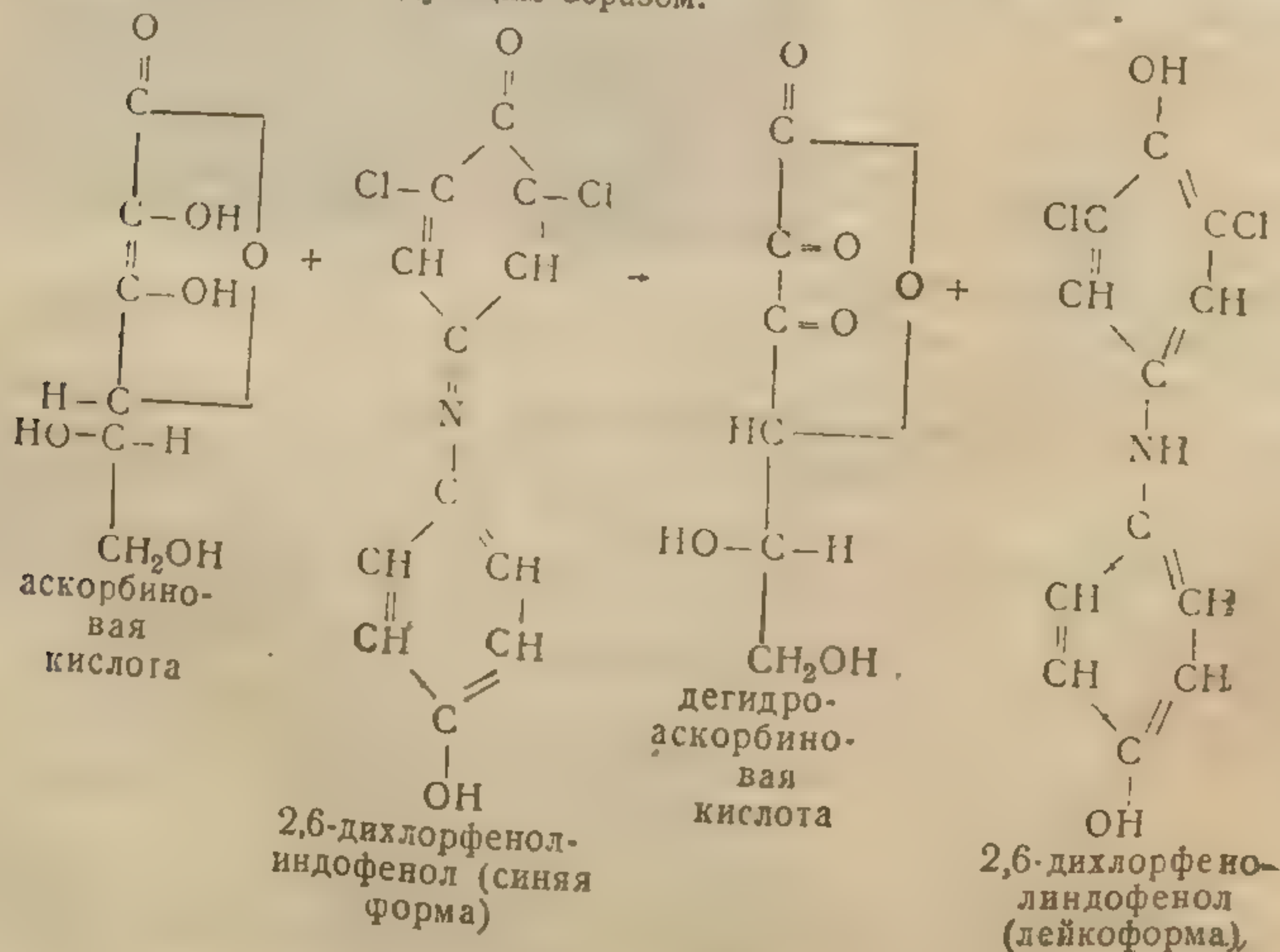
1 мл 0,001 N раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты.

Можно осаждение белков молока производить трихлоруксусной кислотой. Для этого 10 мл молока обрабатывают 15 мл 10%-ного раствора трихлоруксусной кислоты. Титрование производят так же, как указано в методе Девяткина и Дорошенко. В соответствии с взятием для титрования количеством молока производят расчет.

Методы, исключающие восстановление дегидроаскорбиновой кислоты, дают общее количество витамина С только в свежем молоке.

Сущность метода. Сущность метода заключается в том, что кислый фильтрат молока (сыворотка) титруется окислительно-восстановительным индикатором 2,6-дихлорфенолиндофенолом. При наличии витамина С (аскорбиновой кислоты) 2,6-дихлорфенолиндофенол — синяя краска — восстанавливается до бесцветной лейкоформы. Количество обесцвеченной краски пропорционально количеству аскорбиновой кислоты.

Реакция протекает следующим образом:



1 мг аскорбиновой кислоты обесцвечивают 11,4 мл 0,001 N раствора 2,6-дихлорфенолинодифенола. Таким образом, титруя раствор, в котором находится аскорбиновая кислота 0,001 N раствором 2,6-дихлорфенолинодифенола, по количеству миллилитров израсходованной краски можно определить количество аскорбиновой кислоты, или витамина С.

Свежесыщенное молоко содержит только восстановленную форму аскорбиновой кислоты.

Под действием света и кислорода воздуха часть аскорбиновой кислоты может перейти в обратимо-окисленную форму — дегидроаскорбиновую кислоту, которая с 2,6-дихлорфенолинодифенолом не реагирует, но обладает витаминными свойствами. При определении витамина С необходимо учитывать аскорбиновую кислоту в обратимо-окисленной форме, которая легко восстанавливается сероводородом в аскорбиновую кислоту.

б) Определение каротина (провитамина А)

К 50—100 мл молока в конической колбе емкостью 250 мл приливают 5—10 мл 60%-ного водного раствора КОН (или 7—15 мл 40%-ного раствора NaOH) и 20 мл 96%-ного этилового спирта. Колбу снабжают обратным холодильником и нагревают на водяной бане при 80° в течение 10 мин. После омыления раствор охлаждают до комнатной температуры и затем к нему добавляют 20 мл 96%-ного этилового спирта. Смесь тщательно перемешивают и переносят в делительную воронку емкостью в 0,5 л. К содержимому в воронку для извлечения неомыляемой фракции добавляют 50 мл петролейного эфира (температура кипения не более 80°) или перегнанного бензина (температура кипения не более 120°), тщательно взбалтывают и сливают эфирный (бензиновый) слой. Подобную операцию производят 3 раза.

Извлеченные вытяжки соединяют вместе и промывают 2 раза по 20 мл водой, затем 5%-ным раствором КОН и снова 2 раза водой по 20 мл для удаления щелочи (проба на лакмусовую бумажку). После промывки водой вытяжку просушивают безводным сульфатом натрия (реактив 57), добавляя его 7—8 г. Раствор оставляют на 30 мин., фильтруют и пропускают для адсорбции через колонку с окисью магния (реактив 58).

Для адсорбции берут стеклянную толстостенную суженную на одном конце трубку длиной 10—15 см и диаметром около 2 см и вставляют узким концом сквозь резиновую пробку в горло колбы Бунзена. В узкую часть трубки плотно вкладывают кусочек гигроскопической ваты, затем трубку заполняют до $\frac{1}{2}$ или $\frac{2}{3}$ высоты адсорбентом, на поверхность которого помещают тонкий слой прокаленного сернокислого натрия. После этого колбу соединяют с водоструйным насосом, вливают в трубку для смачивания столбика адсорбента петролейный эфир или бензин и фильтруют раствор через колонку.

Затем колонку промывают петролейным эфиром или бензином, пока в колбу не будет стекать бесцветная жидкость, что показывает на полное извлечение каротина из адсорбента.

Полученный раствор вместе с промывной жидкостью переносят без потерь в мерную колбу с притертой пробкой, емкостью 250 мл,

и добавляют до метки петролейного эфира или бензина. Если эфирный раствор каротина очень разбавлен, то его можно стустить до определенного объема.

Полученный раствор подвергают колориметрированию в колориметре типа Дюбоска (рис. 55). Содержание каротина в полученном

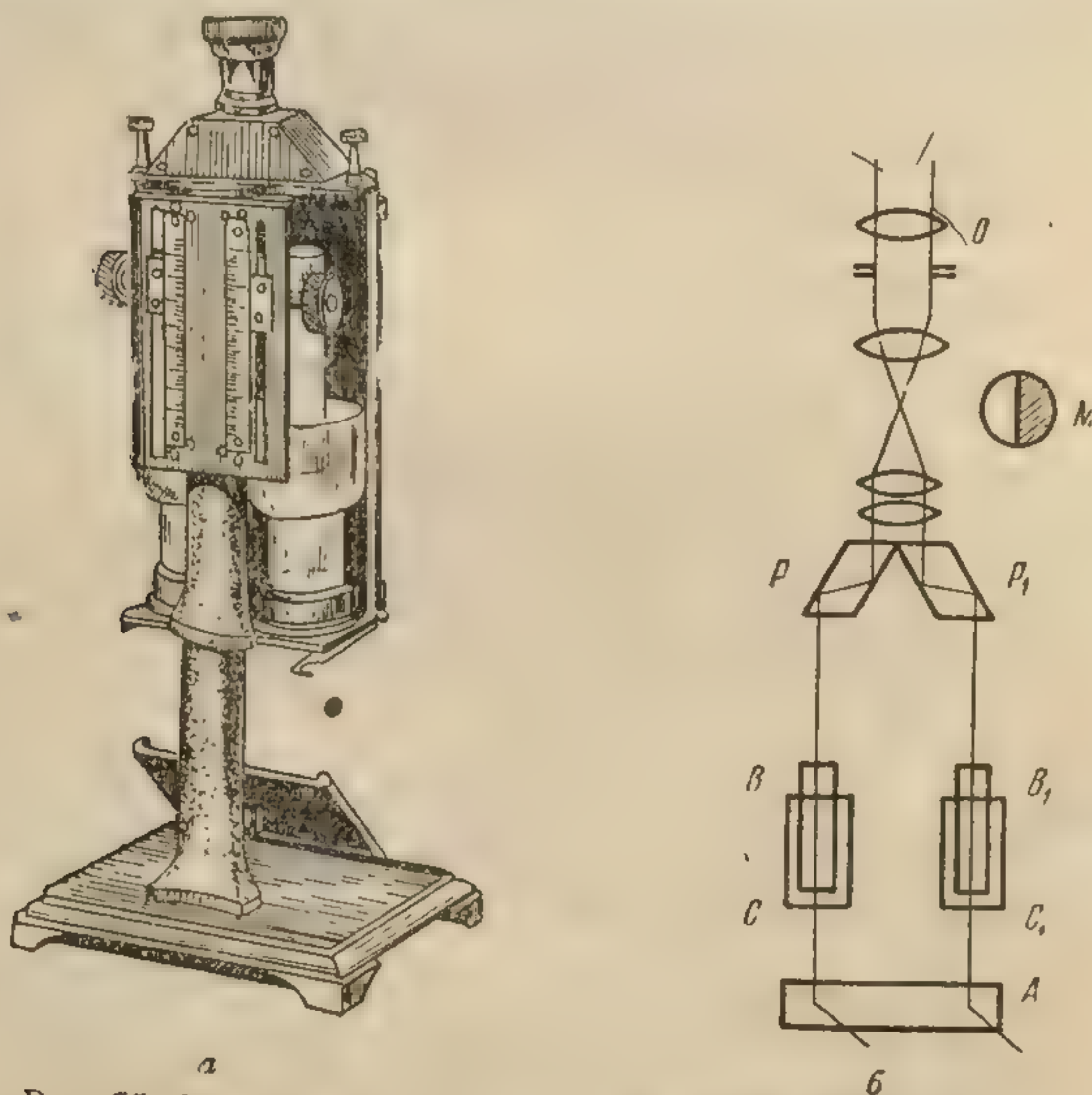


Рис. 55. Колориметр Дюбоска: а) общий вид, б) схема

растворе устанавливают сравнением интенсивности окраски с окраской стандартной жидкости азобензола (реактив 59).

Стандартную и исследуемую жидкость наливают в два цилиндра С и С₁ с плоскими стеклянными доньшками. Лучи света, отраженные наклонно поставленным зеркалом А, проходят сквозь столбы жидкости в цилиндрах и падают через систему наклонных призм Р и Р₁ в окуляр О, где видны два различно окрашенных поля М. Регулируя высоту слоя испытуемой жидкости при помощи микрометрического винта, находящегося позади прибора, вдвиганием и выдвиганием из цилиндров призм В и В₁, достигают одинаковой интенсивности окраски обоих полей. Высоту слоев жидкости отсчитывают в миллиметрах по нониусу, допускающему точность до 0,1 мм.

Содержание каротина в γ (гаммах) * в 1 г молока находят по следующей формуле:

$$X = \frac{2,35 \cdot H \cdot V \cdot 0,97}{a \cdot h},$$

* γ (гамма) = 0,001 мг.

где: 2,35 — количество каротина (в γ) в 1 мл раствора, соответствующее по окраске стандартному раствору азобензола,

H — высота столба стандартного раствора (в см) (обычно 10 см) в колориметре Дюбоска,

V — объем вытяжки вместе с промывной жидкостью после пропускания через адсорбент (в мл),

a — количество молока (в мл), взятое для исследования,

h — высота слоя испытуемого раствора (в см),

0,97 — постоянный коэффициент для перевода объема молока в весовое количество.

в) Определение каротина упрощенным методом Слесаревой

В коническую колбу отмеривают 50—100 мл молока, прибавляют 30—40 мл водного раствора 25%-ного КОН и нагревают на водяной бане до полного растворения белков. Жидкость охлаждают, прибавляют 10 мл этилового спирта и содержимое переносят в делительную воронку, куда приливают 30 мл петролейного эфира (с температурой кипения не выше 60°) или сериого эфира. Смесь осторожно взбалтывают. Нижний щелочный слой сливают в другую делительную воронку и еще раз экстрагируют эфиром. Эфирные вытяжки сливают в одну делительную воронку и промывают несколько раз водой, пока вода не станет совершенно бесцветной. После этого эфирные вытяжки осушают свежeproкаленным Na_2SO_4 , нагревая колбу в наклонном положении на нагретой водяной бане (без огня). Остаток в колбе растворяют в 5—10 мл петролейного эфира. Количество каротина определяют в колориметре Дюбоска. Стандартным раствором служит 0,02%-ный раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, по окраске соответствующий 0,001%-ному раствору каротина.

Можно не отгонять эфир досуха, а довести содержимое колбы на бане до определенного объема и колориметрировать.

Расчет каротина ведется по формуле:

$$\frac{0,001 \cdot a \cdot c \cdot 100}{m \cdot v} = \text{мг } \frac{1}{100} \% \text{ каротина в 1 мл молока,}$$

где: a — отсчет стандартного раствора,

c — объем испытуемого раствора,

m — объем молока, взятого для анализа,

v — отсчет испытуемого раствора.

Сущность метода. Определение каротина основано на сравнении интенсивности окраски его раствора со стандартным раствором каротина или соответствующего ему по окраске раствора азобензола.

Каротин из молока выделяется после освобождения его от сопутствующих ему других пигментов — жира, эфиров, ксантофила. Для этого сложные эфиры и часть пигментов омыляются щелочью, после чего неомыляемые каротиноиды извлекаются из молока петролейным эфиром. Смесь каротиноидов пропускается через колонку (фильтр) с MgO , которым все каротиноиды за исключением каротина, адсорбируются, а последний переходит в фильтрат. По интенсивности окраски фильтрата определяют в колориметре количество каротина.

г) Определение витамина А

К 50—100 мл молока в конической колбе емкостью 250 мл приливают 5—10 мл 60%-ного водного раствора КОН (или 7—15 мл 40%-ного раствора NaOH) и 20 мл 96%-ного этилового спирта. Колбу снабжают обратным холодильником и нагревают на водяной бане при 80° в течение 10 мин. После омыления раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 20 мл 96%-ного этилового спирта, тщательно перемешивают в делительной воронке и экстрагируют 3 раза свободным от перекисей серным эфиром (реактив 60) порциями по 50 мл эфира, сливая эфирные вытяжки в делительную воронку. Эфирные вытяжки промывают 2 раза водой по 20 мл и один раз 5%-ным водным раствором КОН. Промыв после этого еще 2 раза водой по 20 мл, эфирную вытяжку сливают в сухую колбу и высушивают в течение 30 мин. над безводным Na_2SO_4 (реактив 57). Сухой эфирный раствор фильтруют в колбу, обмывают колбу и фильтр небольшим количеством эфира, присоединяя его к эфирной вытяжке.

Отфильтрованная эфирная вытяжка делится на две равные части. После отгонки серного эфира в токе CO_2 или азота неомыляемый остаток первой половины раствора растворяют в петролейном эфире. В полученной вытяжке определяется каротин колориметрически, как указано выше.

Вторая половина эфирной вытяжки также стгоняется в токе углекислого газа или азота, и сухой остаток растворяют в возможно малом количестве хлороформа (реактив 61), сливая его в мерную колбу емкостью 25 мл. Колбу из-под остатка ополаскивают небольшим количеством хлороформа в ту же мерную колбу и доводят объем жидкости в колбе хлороформом до метки. После этого определяют совместно каротин и витамин А, основываясь на реакции Карр-Прайса.

В пробирку бесцветного стекла, диаметром в 1 см, высотой 6 см, отмеривают пипеткой (разделенной на 0,1 мл) 0,2 мл полученного хлороформенного раствора и из бюретки со стеклянным краном 2 мл раствора SbCl_3 (реактив 62). Все содержимое пробирки быстро перемешивают стеклянной палочкой. Появляется синяя окраска. Максимум синей окраски достигается через 10—30 сек. Раствор тотчас же колориметрируют, сравнивая со стандартной цветной шкалой или пользуясь специальным тингометром Ловибонда.

Стандартную шкалу готовят, растворяя 0,1 г метиленовой синьки в 1 л воды. Затем в ряд пробирок таких же как для испытуемого раствора, отмеривают по 1 мл раствора синьки и прибавляют последовательно 9, 10, 11, 12, 13 и до 20 мл воды. Интенсивность окраски раствора в первой пробирке соответствует 9,5 синих единиц, во второй 9,0 и т. д., уменьшаясь в каждой следующей на 0,5 единицы.

На основании полученных по шкале синих единиц, вычисляют мг % витамина А по формуле (Попандопуло):

$$A = \frac{C \cdot B}{4 \cdot a}$$

где:

- C — число синих единиц, установленных по шкале,
- B — объем раствора в хлороформе,
- a — навеска молока в г,
- 4 — постоянный коэффициент.

Для перевода мг % витамина А в интернациональные единицы перечисляют мг % в γ на 1 г вещества и делят полученное число на 0,3, исходя из того, что 1 инт. единица витамина А равна 0,3 γ .

IV. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-КОЛЛОИДНЫХ СВОЙСТВ МОЛОКА

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ МОЛОКА

а) Ареометрический метод

Плотность молока определяется специальным молочным ареометром (лактоденсиметром), градуированным при 20°/4° с последующей поправкой на температуру, если определение велось не при 20°.

Ареометр (рис. 56) состоит из стеклянного полого цилиндрического тела A , к которому сверху припаян стержень B , из узкой стеклянной трубки, имеющей в своей верхней части расширение B и сверху запаянной. К нижней части полого тела припаяны ртутный резервуар термометра Γ и балластная камера D (со ртутью или дробью). В узкую часть трубки (стержня) вложена бумажная ареометрическая шкала, а в ее расширенной верхней части помещается шкала термометра.

Шкала молочных ареометров имеет штриховку или в величинах плотности молока (1,030 и т. д.), или в условных величинах — градусах ареометра. Последние обозначают сотые и тысячные доли плотности; так, если при определении на ареометре находят цифру 30, то это соответствует плотности в 1,030. Такое обозначение плотности в градусах ареометра введено для удобства при работе в промышленности.

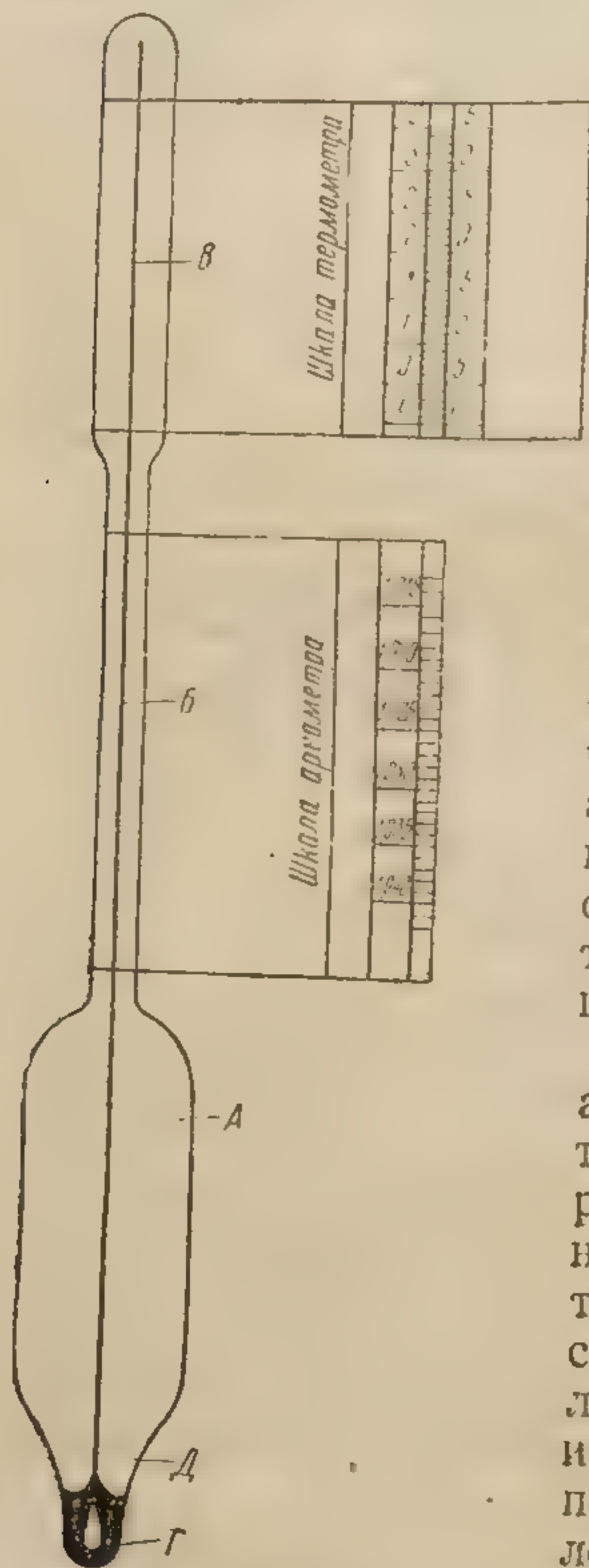
При определении плотности тщательно перемешанную среднюю пробу молока (взятая не раньше 2—3 час. после дойки) с температурой около 20°, наливают осторожно в стеклянный цилиндр емкостью около 250 мл до $\frac{3}{4}$ его объема, избегая образования пены.

Определение плотности молока не рекомендуется производить в слишком холодном или теплом молоке. Допустимые пределы температуры 10—25°.

Высота цилиндра должна быть больше длины ареометра, а диаметр — такой величины, чтобы при опускании ареометра в цилиндр между окружностью ареометра и стенками цилиндра оставалось пространство не менее 0,5 см. Ареометр, держа за верхний его ко-

нец, осторожно погружают в молоко до деления, соответствующего 1,030 шкалы прибора, а затем оставляют свободно плавать в молоке так, чтобы он не касался стенок цилиндра.

2—3 мин. спустя после того, как ареометр остановился, устанавливают глаз на высоте уровня молока в цилиндре и отсчитывают



штрих шкалы, до которого погрузился ареометр, и таким образом определяют величину плотности. Так как в месте соприкосновения молока и стеклянного стержня ареометра, благодаря смачиванию, происходит поднятие жидкости, то отсчитывают высоту жидкости в месте соприкосновения края поверхности молока со стержнем — верхний мениск.

Плотность молока выражают при 20°; поэтому если оно имеет иную температуру (определяемую по показанию термометра на ареометре), то вводят поправку на разность температур. На каждый градус температуры выше 20° к найденной величине отсчета ареометра прибавляют 0,2° ареометра или 0,0002 плотности, а на каждый градус температуры ниже 20° из отсчитанной величины плотности вычитают по 0,2° ареометра или 0,0002 плотности.

Для удобства приведения показателей ареометра к 20° составлена специальная табл. 25, показания которой несколько расходятся со средней поправкой, указанной выше, так как в таблице даны более точные цифры, а поправка ведется по средней величине. Для практических целей эта разница между цифрами таблицы и расчетом не имеет значения. Таблицей пользуются следующим образом: предположим, исследуемое молоко имеет температуру 16°, а отсчет погружения ареометра 32. Находим в вертикальном столбце «градусы ареометра» число 32 и от этого

числа идем по горизонтальной линии до пересечения с температурой 16°. Найденное число и есть плотность молока в градусах ареометра при 20°. Когда показания ареометра исследуемого молока при какой-либо температуре не совпадают с целым числом, то нужно взять ближайшее целое число, найти число, приведенное к 20°, и прибавить к нему или вычесть разницу между показанием ареометра и принятым целым числом.

Приведение показаний [молочного ареометра] к температуре 20°

Таблица 25

Градусы арео- метра	Температура молока																Градусы ареометра
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
	Показания [молочного ареометра], приведенные к 20°																
25	23,3	23,5	23,6	23,7	23,9	24,0	24,2	24,4	24,6	24,8	25	25,2	25,4	25,5	25,8	26,0	25
26	24,2	24,4	24,5	24,7	24,9	25,0	25,2	25,4	25,6	25,8	26	26,2	26,4	26,6	26,8	27,0	26
27	25,1	25,3	25,4	25,6	25,7	25,9	26,1	26,3	26,5	26,8	27	27,2	27,5	27,7	27,9	28,1	27
28	26,0	26,1	26,3	26,5	26,6	26,8	27,0	27,3	27,5	27,6	28	28,2	28,5	28,7	29,0	29,2	28
29	26,9	27,1	27,3	27,5	27,6	27,8	28,0	28,3	28,5	28,8	29	29,2	29,5	29,7	30,0	30,2	29
30	27,9	28,1	28,3	28,5	28,6	28,8	29,0	29,3	29,5	29,8	30	30,2	30,5	30,7	31,0	31,2	30
31	28,8	29,0	29,2	29,4	29,6	29,8	30,1	30,3	30,5	30,8	31	31,2	31,5	31,7	32,0	32,2	31
32	29,8	30,0	30,2	30,4	30,6	30,7	31,0	31,2	31,5	31,8	32	32,3	32,5	32,8	33,0	33,3	32
33	30,7	30,8	31,1	31,3	31,5	31,7	32,0	32,2	32,5	32,8	33	33,3	33,5	33,8	34,1	34,3	33
34	31,7	31,9	32,1	32,3	32,5	32,7	33,0	33,2	33,5	33,8	34	34,3	34,4	34,8	35,1	35,3	34
35	32,6	32,8	33,1	33,3	33,5	33,7	34,0	34,2	34,5	34,7	35	35,3	35,5	35,8	36,1	36,3	35
36	33,5	33,8	34,0	34,3	34,5	34,7	34,9	35,2	35,6	35,7	36	36,2	36,5	36,7	37,0	37,3	36

Пример. Показание ареометра при температуре $17-31,3^\circ$ ареометра. Берем показание ареометра 31° и по таблице находим, что оно при температуре 20° соответствует $30,3^\circ$ ареометра. Плотность молока в градусах ареометра будет $30,3 + 0,3 = 30,6$, что соответствует плотности при $20^\circ - 1,0306$.

Молочные ареометры со шкалой, градуированной на $20^\circ/4^\circ$, применяют в массовом производстве недавно, и поэтому в молочной промышленности еще встречаются старые типы ареометров (определение удельного веса), шкала которых градуировалась при $15^\circ/15^\circ$ и отсчет производился при той же температуре в 15° . Величина удельного веса молока при температуре 15° , определенная молочным ареометром, градуированным при $15^\circ/15^\circ$, выше величины плотности того же молока при температуре 20° , определенной стандартным ареометром, градуированным при $20^\circ/4^\circ$ на $0,002^\circ$ или 2° ареометра.

Следовательно, если удельный вес молока при температуре $15^\circ/15^\circ$ составляет $1,0312$, то плотность этого же молока при температуре $20^\circ/4^\circ$ соответствует: $1,0312 - 0,002 = 1,0292$, или в градусах ареометра $31,2 - 2,0 = 29,2$.

Практически поправку в 2° ареометра можно принять как среднюю величину для перевода величины удельного веса молока при температуре $15^\circ/15^\circ$ к величине плотности молока при температуре $20^\circ/4^\circ$.

б) Пикнометрический метод

Пикнометр (лучше с капиллярной трубкой и термометром, рис. 57) емкостью около 50 мл взвешивается на аналитических весах в чистом и высушенном виде, причем его предварительно выдерживают в течение $0,25-0,5$ часа в шкафу весов.

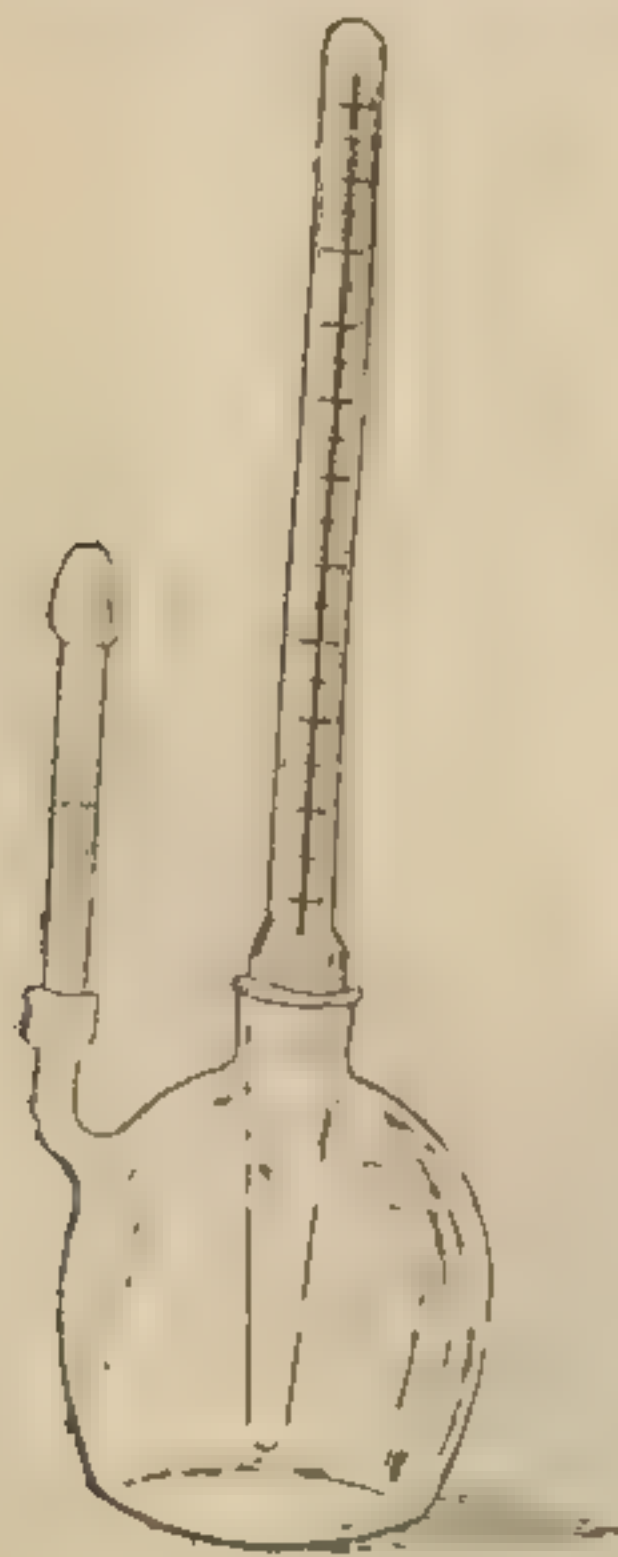


Рис. 57.
Пикнометр

Затем пикнометр наполняют дистиллированной водой и ставят на $0,5$ часа в воду при температуре 20° . После этого приводят уровень воды в пикнометре точно до черточки, нанесенной на вытянутой шейке пикнометра или капилляре, пользуясь капельной воронкой (для прибавления воды) и фильтровальной бумагой (для отбирания излишней воды). Закрыв пикнометр пробкой, его тщательно обтирают снаружи и ставят на $0,5$ часа в шкаф весов, а затем взвешивают с точностью до $0,001$. Отсюда узнают вес воды, налитой в пикнометр. После взвешивания воду выливают, пикнометр высушивают и наполняют исследуемым молоком, так же, как это делали с водой. Затем пикнометр с молоком помещают в воду при температуре 20° и приводят уровень молока в нем точно до черточки. Пены и пузырьки воздуха в

пикнометре не должно быть. После этого пикнометр вытирают и взвешивают. Плотность молока при $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ находят по формуле:

$$D = \frac{c - b}{a - b},$$

где: D — плотность молока,
 a — вес пикнометра с водой,
 b — вес пустого пикнометра,
 c — вес пикнометра с молоком.

Для вычисления плотности молока по отношению к воде при 4° результат умножают на 0,99823 — на плотность воды при 20° .

Пикнометрическим способом можно производить проверку ареометра.

в) Весами гидростатическими

Весы должны быть собраны, как указано на рис. 58. Колонка весов устанавливается вертикально при помощи винта G . После этого в чистый сухой цилиндр емкостью около 50 мл наливают осторожно, избегая образования пены, исследуемое молоко, приведенное к температуре в 20° , и погружают в него привешенный к весам стеклянный поплавок D с термометром таким образом, чтобы он весь погружался в молоко, не касаясь стенок цилиндра. Особенное внимание должно быть обращено на глубину погружения поплавка, так как от различной глубины погружения могут происходить ошибки в определении плотности. Для правильного отсчета в жидкость должна быть погружена не только закрученная при поплавке часть проволоки, но и еще следующий выше кусок проволоки, равный по длине этой закрученной части. При этом коромысло весов AB при погружении в молоко поплавок перейдет из горизонтального положения в наклонное.

Нарушенное равновесие восстанавливают разновесами-рейтерами, поступая следующим образом: на крючок B к стеклянному поплавку навешивают самый большой разновес-рейтер 1 , соответствующий единице плотности, а затем на зарубки коромысла вешают другие, более мелкие рейтеры. Двигая по коромыслу рейтер боль-

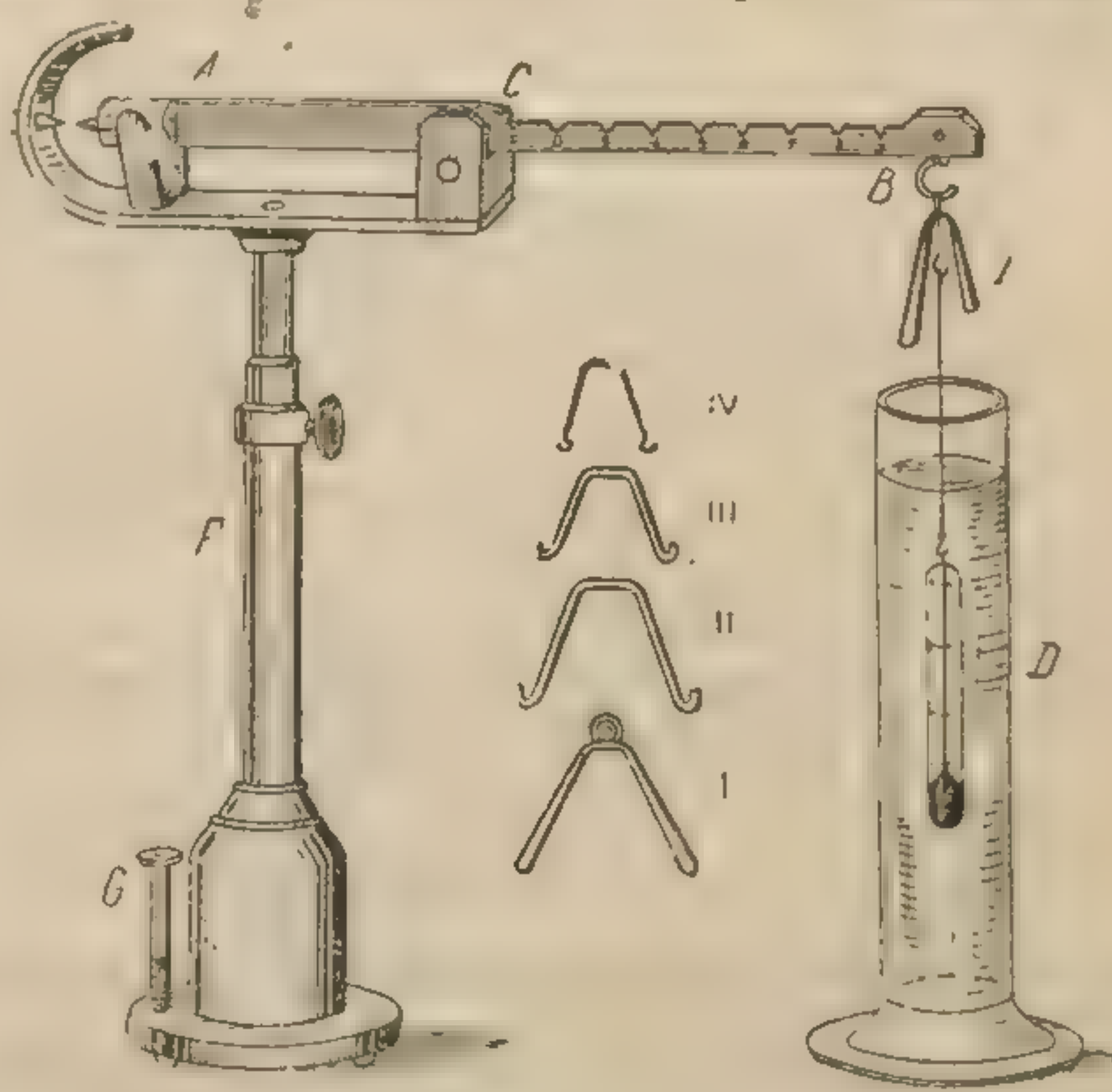


Рис. 58. Весы

шого веса и пользуясь следующими мелкими, доводят коромысло до горизонтального положения. Каждый последующий меньший рейтер соответствует ближайшему следующему десятичному знаку в десятичной дроби, выражающей плотность молока. Если, например, на коромысле на зарубке висит только один (третий по весу) рейтер (считая и самый большой, показывающий единицу плотности), а на крючке вместе со стеклянным поплавком—самый большой разновес, то плотность молока равна 1,030 при температуре 20° по отношению к воде при той температуре, которая обычно указывается на стеклянном поплавке. Для приведения плотности к температуре 20°/4° следует полученную величину умножить на плотность воды при той температуре, которая указана на поплавке.

г) Вычисление по формулам

Определение плотности молока в градусах ареометра можно вычислить по формуле:

$$a = 4c - 5,8 \cdot ж - 2,0,$$

где: а — градус ареометра, :

с — процентное содержание сухого остатка молока,

ж — процентное содержание жира в молоке,

2,0 — разность между удельным весом молока в градусах ареометра при 15°/15° и плотностью при 20°/4°.

Плотность молока определяют также по формуле:

$$D = \frac{222}{222 + Ж - 0,833 \cdot C} - 0,002,$$

где: D — плотность молока,

Ж — процентное содержание жира в молоке,

C — процентное содержание сухого остатка молока,

0,002 — разность между удельным весом молока при 15°/15° и плотностью при 20°/4°.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ СВЕРНУВШЕГОСЯ (СКИСШЕГО) МОЛОКА

В свернувшемся молоке плотность может быть определена только после его разжижения. Для этой цели к 100 объемам хорошо перемешанного свернувшегося молока прибавляют 10 объемов крепкого аммиака известной плотности и взбалтывают раствор до полного растворения казеина. Затем одним из описанных выше способов определяют плотность раствора, после чего по следующей формуле высчитывают плотность свернувшегося молока.

$$D = \frac{11 \cdot П_1 - П_2}{10}.$$

D — плотность свернувшегося молока,

П₁ — плотность молочно-аммиачного раствора,

П₂ — плотность аммиака.

Опыт показывает, что величина плотности молока, полученная по формуле, отличается от действительной на 0,001 (1° шкалы ареометра) в сторону увеличения; поэтому от полученной величины плотности нужно отнять эту величину.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ СУХОГО ОСТАТКА МОЛОКА

Плотность сухого остатка молока можно определить по процентному содержанию сухого остатка молока и плотности его, пользуясь следующей формулой:

$$D_c = \frac{C \cdot D}{C \cdot D - 100 D + 100},$$

где: D_c — плотность сухого остатка молока,
 C — процентное содержание сухого остатка молока,
 D — плотность молока.

Приближенную величину плотности сухого остатка молока можно также установить по процентному содержанию жира в сухом остатке молока по табл. 26.

Процент жира в сухом остатке молока вычисляется по формуле:

$$J_c = \frac{J \cdot 100}{C},$$

где: J_c — содержание жира в сухом остатке (в %),
 J — процент жира в молоке,
 C — процентное содержание сухого остатка в молоке.

Таблица 26

Определение плотности сухого остатка молока по проценту жира в сухом остатке молока

Количество жира в сухом остатке (в %)	Плотность сухого остатка	Количество жира в сухом остатке (в %)	Плотность сухого остатка
19,1 — 20,2	1,40	26,3 — 27,4	1,34
20,3 — 21,4	1,39	27,5 — 28,6	1,33
21,5 — 22,6	1,38	28,7 — 29,8	1,32
22,7 — 23,8	1,37	29,9 — 31,0	1,31
23,9 — 25,0	1,36	31,1 — 32,2	1,30
25,1 — 26,2	1,35		

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФИЦИЕНТА ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Определение коэффициента преломления производится погружаемым рефрактометром (рис. 59).

В широкую пробирку наливают 30 мл исследуемого молока и смешивают с 0,25 мл раствора хлористого кальция (реактив 64), специально приготовленного для рефракции.

Хлористый кальций смешивают с молоком, пробирку закрывают каучуковой пробкой со вставленной в нее стеклянной трубкой длиной 22 см так, чтобы трубка не касалась молока. После этого пробирку опускают в водяную баню с кипящей водой, держат там 15 мин., затем охлаждают в холодной воде и отделившуюся прозрачную сыворотку сливают в стаканчик для погружательного ре-

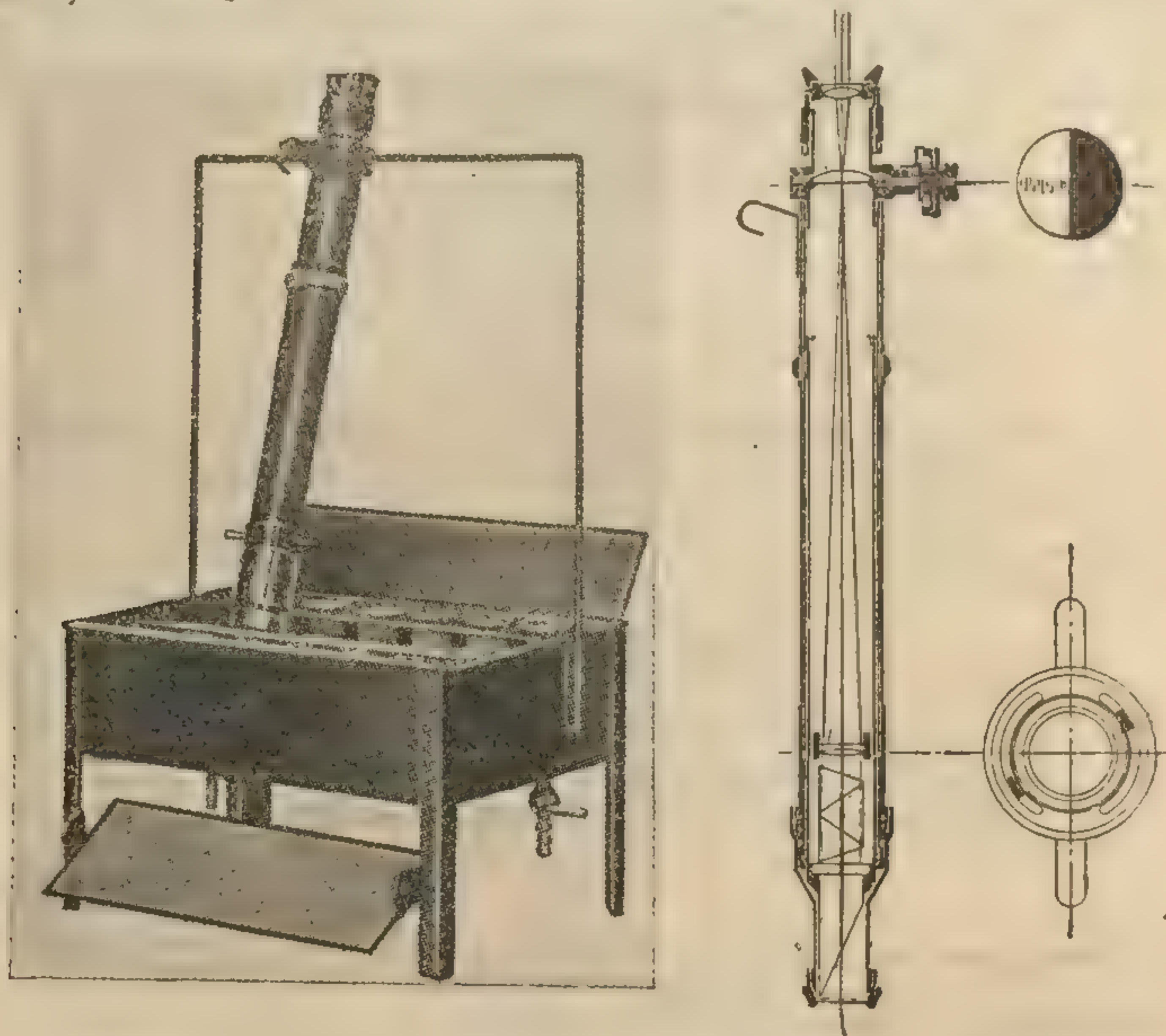


Рис. 59. Погружательный рефрактометр: а) общий вид, б) схема

фрактометра. Если сыворотка не вполне прозрачна, ее фильтруют через сухой фильтр. Стаканчик с сывороткой ставят в штатив водяной бани рефрактометра с водой, нагретой до $17,5^\circ$, погружают в сыворотку призму рефрактометра и отсчитывают показания при температуре точно $17,5^\circ$. Показание погружательного рефрактометра выражают или в величине произведенного отсчета по шкале рефрактометра, или величиной коэффициента преломления. В последнем случае переводят показания шкалы рефрактометра в величины коэффициента преломления, пользуясь табл. 27.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАМЕРЗАНИЯ

Метод криоскопии

Для определения температуры замерзания исследуемого объекта пользуются специальным прибором (рис. 60), состоящим из

стеклянной 62
замораживания
трубки 4, явля
храняющей его
тельной смеси
трубку, с прог
новой проволо

Перевод

Коэффициент
преломления пр
 $17,5^\circ$

1,33705
1,33713
1,33781
1,33820
1,33860
1,33896
1,33934
1,33972
1,34010
1,34048

Стеклянная
рую вставля
тельной смеси
пробирку со
с зажимом 8
чтобы во вре
вую трубку
кристаллиза

Термометр
его разделе
точки. В вер
сифона с за
трубку терм
точку, от к
пиллярную
ртууть стала
метра Бекм
на сотые д

Для это
ртууть из ш
лась с рту
ют до тем
 $2-3^\circ$ и, п

стеклянной банки для охлаждающей смеси 1, сосуда-трубки для замораживания 2 с боковой трубкой 3, более широкой стеклянной трубки 4, являющейся для сосуда воздушным изолятором и предохраняющей его от непосредственного соприкосновения с охлаждающей смесью, и широкой корковой пробки 5, закрывающей трубку, с пропущенным через нее термометром Бекмана и платиновой проволокой-мешалкой.

Таблица 27

Перевод показаний шкалы рефрактометра в величины коэффициента преломления

Коэффициент преломления при 17,5°	Показание рефрактометра	Коэффициент преломления при 17,5°	Показание рефрактометра	Коэффициент преломления при 17,5°	Показание рефрактометра
1,33705	25	1,34086	35	1,34453	45
1,33743	26	1,34124	36	1,34500	46
1,33781	27	1,34162	37	1,34537	47
1,33820	28	1,34199	38	1,34575	48
1,33860	29	1,34237	39	1,34612	49
1,33896	30	1,34275	40	1,34650	50
1,33934	31	1,34313	41	1,34684	51
1,33972	32	1,34350	42	1,34724	52
1,34010	33	1,34388	43	1,34761	53
1,34048	34	1,34426	44	1,34798	54

Стеклянная банка снабжена жестяной крышкой 6, через которую вставляется термометр 7 для измерения температуры охлаждающей смеси. В некоторых приборах в ту же крышку помещают пробирку со стеклянной трубкой, снабженной резиновой трубкой с зажимом 8, в которой замораживают немного воды для того, чтобы во время опыта ввести в исследуемую жидкость через боковую трубку маленький кристаллик льда, что способствует началу кристаллизации испытуемой жидкости.

Термометр Бекмана (рис. 61) имеет особое устройство: шкала его разделена на сотые доли градуса без постоянной нулевой точки. В верхней части термометра имеется приспособление в виде сифона с запасом ртути, которую можно вводить в капиллярную трубку термометра, устанавливая этим определенную постоянную точку, от которой и ведут отсчет. При исследовании молока в капиллярную трубку термометра вводят столько ртути, чтобы при 0° ртуть стала на 3—4 градусе шкалы термометра (вся шкала термометра Бекмана обнимает температуру в пределах 6°, разделенных на сотые доли).

Для этого нагревают термометр до такой температуры, чтобы ртуть из шарика термометра заполнила всю трубку его и соединилась с ртутью в сифоне. После этого шарик термометра охлаждают до температуры немного выше температуры таяния снега (на 2—3°) и, перевернув термометр, резким толчком сбывают столбик

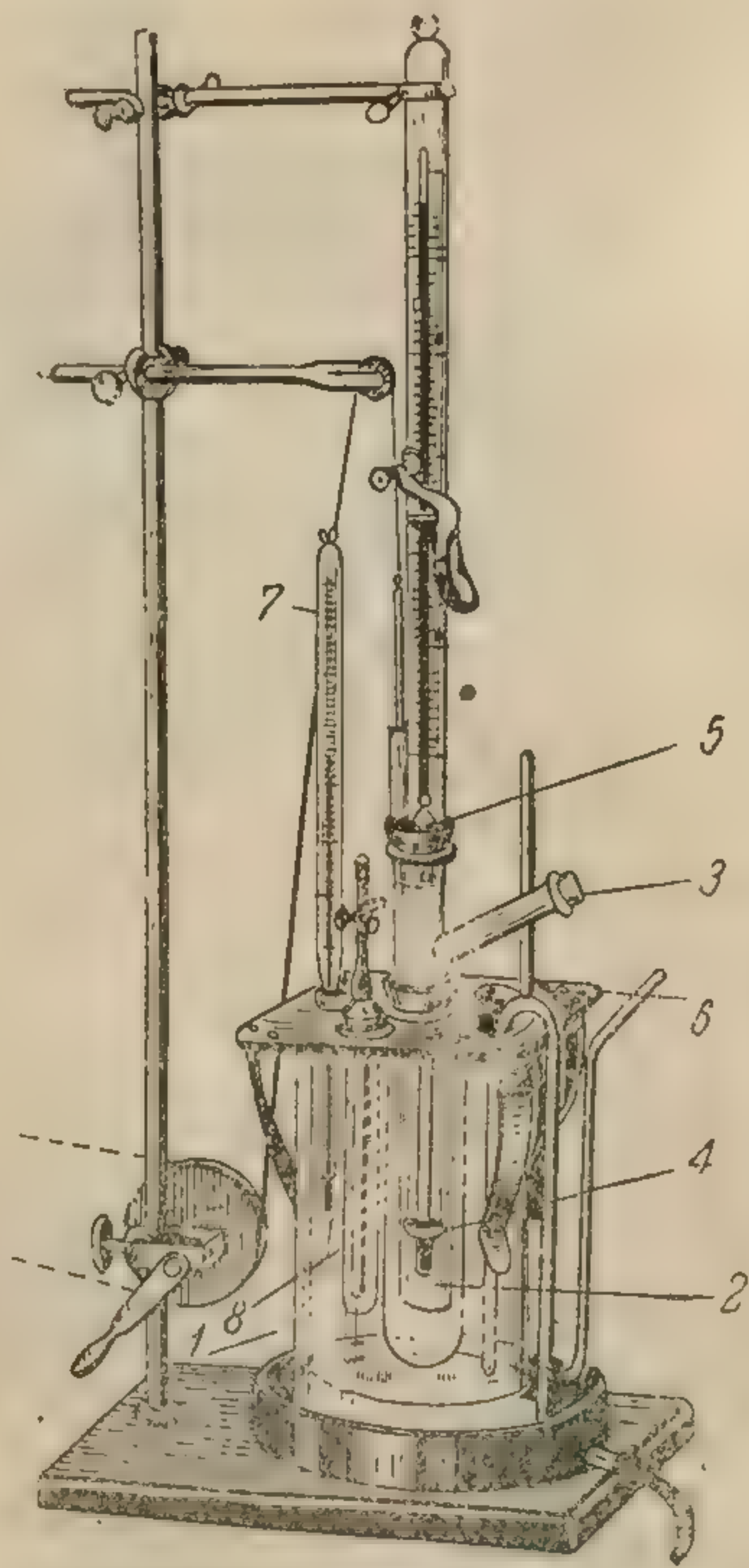


Рис. 60. Прибор для определения температуры замерзания

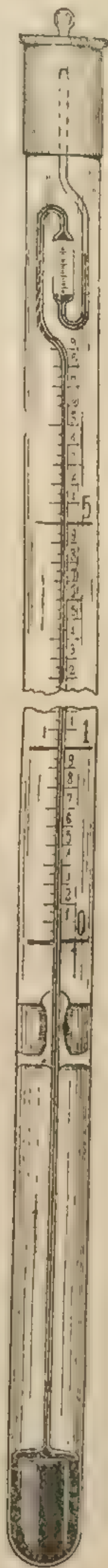


Рис. 61. Термометр Бекмана

ртути у основ
ливают ртуть
в тающий ле
высоте, то е
уменьшают. Р
в руках ртут
дет в верхний
дящейся в си
второго коле
кой-нибудь р
которой вела
обрывают рт
трубке нагре
отделяют об
установки н

Для это
смесью (3 ч
рым прибав
— 4 до — 5
живания на
чтобы она
требуется
рис. 60 и п
новой меша

Вначале
а затем, в
при этом
время оста
отсчитыва
точностью
ре заметн
можно ви
кратным
отсчета н
вают ее р
пор, пока
содержим
помещаю
вторяют
пользуяс

Разни
быть бо
значение
молока,
рошо в
дуемого
Вычи
ченное

10 Химиче

ртути у основания сифона; после этого, наклонив термометр, пере-
ливают ртуть во второе колено сифона. Если при погружении
в тающий лед уровень ртути в термометре не будет на нужной
высоте, то его количество в капиллярной трубке увеличивают или
уменьшают. В первом случае поступают таким образом: нагревают
в руках ртутный шарик термометра до тех пор, пока ртуть не вой-
дет в верхний сифон; тогда соединяют ее с запасной ртутью, нахо-
дящейся в сифоне, наклоняя его и заставляя ртуть переливаться из
второго колена сифона в первый. Затем погружают термометр в ка-
кой-нибудь раствор, нагретый на $1-2^{\circ}$ ниже той температуры, при
которой велась установка нулевой точки в первый раз, и толчком
обрывают ртуть. При избыточном количестве ртути в капиллярной
трубке нагревают на $2-3^{\circ}$ выше нуля и поднявшуюся в сифон ртуть
отделяют обычным приемом. После такой грубой приблизительной
установки нулевой точки приступают к точному ее определению.

Для этого наполняют наружный сосуд-банку охладительной
смесью (3 части толченого льда и 1 часть поваренной соли, к кото-
рым прибавляют столько воды, чтобы смесь имела температуру от
 -4 до -5°), а в совершенно чистую, сухую трубку для замора-
живания наливают дистиллированную воду в таком количестве,
чтобы она покрыла ртутный шарик термометра Бекмана (на это
требуется приблизительно 20—30 мл воды). Прибор собирают по
рис. 60 и при непрерывном осторожном помешивании воды плати-
новой мешалкой наблюдают изменение температуры.

Вначале температура воды падает постепенно все ниже и ниже,
а затем, в момент образования льда, вследствие освобождающейся
при этом теплоты плавления, подскакивает вверх и на некоторое
время останавливается на одной точке. Эта точка поднятия ртути
отсчитывается при помощи лупы, и соответствующая температура с
точностью до $0,001^{\circ}$ записывается. В жидкости при этой темпера-
туре заметны кристаллы льда, и если наблюдение вести дальше, то
можно видеть, как ртуть в термометре вновь начнет падать. Одно-
кратным определением нулевой точки нельзя ограничиваться. После
отсчета нулевой точки сосуд-трубку вынимают из прибора и нагре-
вают ее рукой, продолжая помешивать содержимое мешалкой до тех
пор, пока ртуть в термометре начнет повышаться. При этом, однако,
содержимое трубки следует нагревать выше $1-2^{\circ}$; затем ее вновь
помещают в сосуд, служащий для нее воздушным покровом, и по-
вторяют еще раз или два определение, отсчитывая точки замерзания,
пользуясь теми же приемами.

Разница в повторных определениях нулевой точки не должна
быть больше $0,002-0,003^{\circ}$. Из полученных чисел находят среднее
значение. Далее точно так же определяют температуру замерзания
молока, для чего, выливают воду из трубки для замораживания и хо-
рошо высушив ее, наливают в трубку такое же количество числе-
дуемого молока. Операцию замораживания повторяют 2—3 раза.

Вычитая из нулевого показания шкалы термометра число, полу-
ченное для замерзания молока, находят понижение температуры за-

мерзания или криоскопическое число, обычно изменяющееся для натурального молока в пределах температуры — 0,50 — 0,60°.

На показание температуры замерзания имеет влияние целый ряд деталей методики, с которыми необходимо считаться: нужно избегать сильного охлаждения жидкости ниже нуля, так как при слишком быстром замораживании возникают ошибки в определении, а именно: температура замерзания получается слишком низкой сравнительно с истинной, лучше всего устанавливать температуру охлаждающей смеси лишь на несколько градусов (4—5°) ниже ожидаемой температуры замерзания исследуемой жидкости. Чтобы избежать переохлаждения, можно также в тот момент, когда столбик ртути упадет ниже точки нуля и жидкость, следовательно, будет уже охлаждена ниже нуля (но не ранее этого момента), опустить в трубочку для замораживания и исследуемую жидкость через боковую трубку маленький кристаллик чистого льда, образовавшегося замораживанием дистиллированной воды.

Кристаллик льда опускают при помощи трубки, вложенной в пробирку с замерзающей в ней дистиллированной водой, вставляемой в крышку банки с охлаждающей смесью.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

Для определения электропроводности молока пользуются мостиком Уитстона, пропуская переменный ток из индукционной катушки через молоко в особом сосуде с платиновыми электродами.

Мостиком Уитстона определяют сопротивление, оказываемое молоком проходящему через него току, зная которое, находят электропроводность, так как последняя L является величиной обратной сопротивлению R , выраженному в омах:

$$L = \frac{1}{R}$$

Для сравнения полученных цифр электропроводность молока выражают величиной удельной электропроводности, определяя удельное сопротивление, под которым понимают сопротивление току, оказываемое раствором, ограниченными сторонами в 1 мл при температуре 25°.

Электропроводность определяют универсальным прибором и прибором ЦНИЛКИП.

а) Универсальным прибором

Для определения электропроводности молока пригоден портативный и удобный универсальный аппарат (рис. 62). Другие аналогичные аппараты отличаются от него лишь в деталях.

С внешней стороны аппарат представляется в следующем виде: на деревянной доске укреплены магазин сопротивления с штепсельными выключателями, индукционная катушка (катушка Румкорфа),

линейка
зажимом
которому
с острей

жимам п
щиеся в
зажимы
элемент

Схема
При пол
на контак
тельного
идет по
катушки
внешней
ный ток
через мо
ляясь в к
из котор
суд с мо
рез маг
концам
ки. Отс
контакту
и через
Румкорф
ниновой
проволок
сопротив
стояние с

линейка с натянутой калиброванной манганиновой проволокой и зажимом. Вдоль линейки по толстому металлическому стержню, по которому передается ток, передвигается подвижной контакт-муфта с острием, прижатым к калиброванной проволоке. К двум левым за-

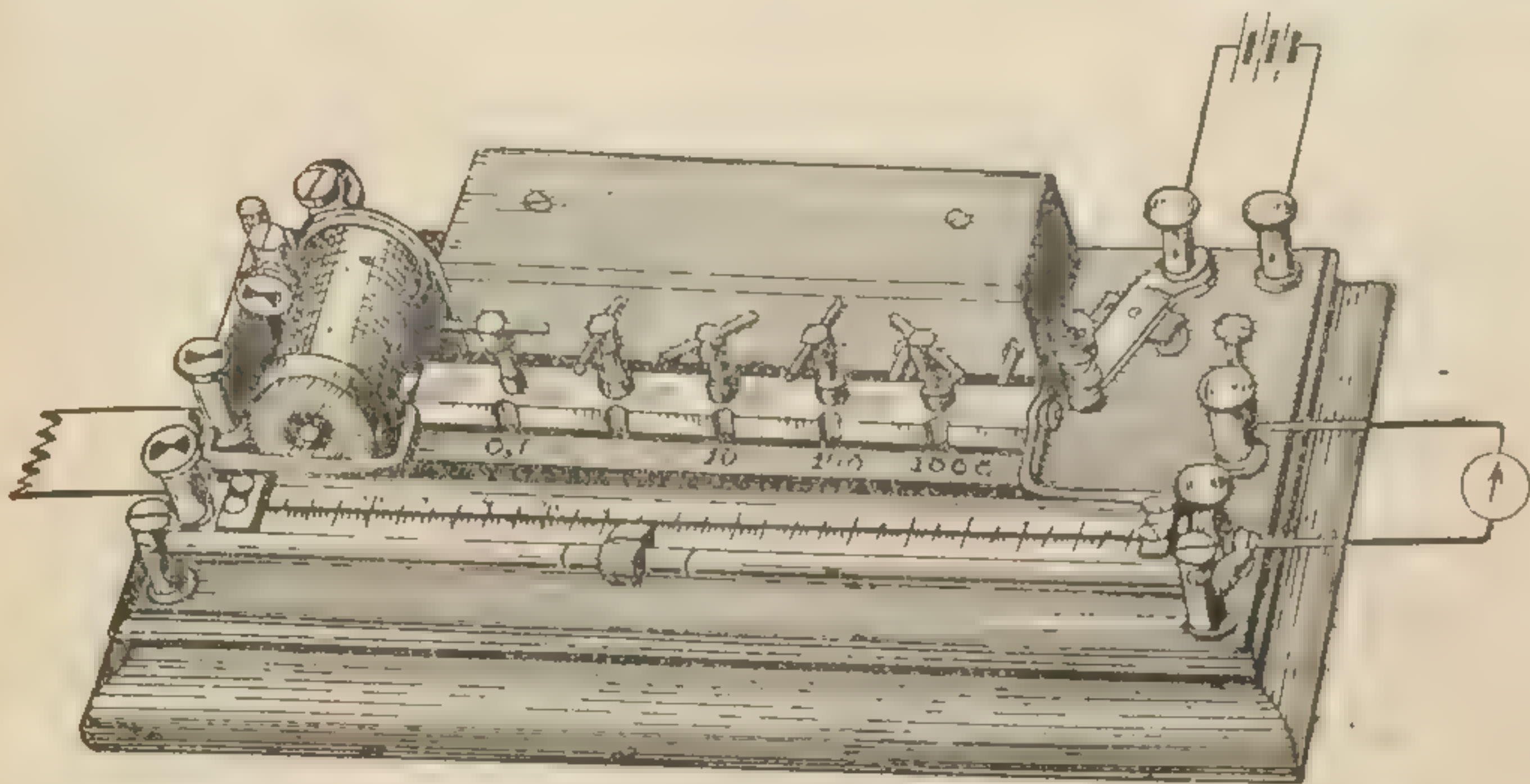


Рис. 62. Аппарат

жимам присоединяются платиновые электроды (рис. 63), погружающиеся в молоко, а к двум передним правым — телефон. Задние зажимы соединяются с гальванической батареей из двух-трех элементов.

Схема внутреннего устройства аппарата представлена на рис. 64. При положении выключателя на контакте *m*, ток от положительного электрода батарей идет по внутренней обмотке катушки и возбуждает во внешней обмотке индукционный ток, который проходит через мостик Уитстона, разделяясь в контакте *x* на две части, из которых одна идет через сосуд с молоком *k*, другая — через магазин сопротивлений к концам манганиновой проволоки. Отсюда по подвижному контакту на муфте с и металлическому стержню ток замыкается и через переключатель попадает на внешнюю обмотку катушки Румкорфа. Передвижением подвижного контакта по манганиновой проволоке изменяют как угодно величину отрезков проволоки l_1 и l_2 и находят такое положение контакта, при котором сопротивление реостата относится к сопротивлению молока, как расстояние отрезков проволоки. Отношение отрезков проволоки в уни-

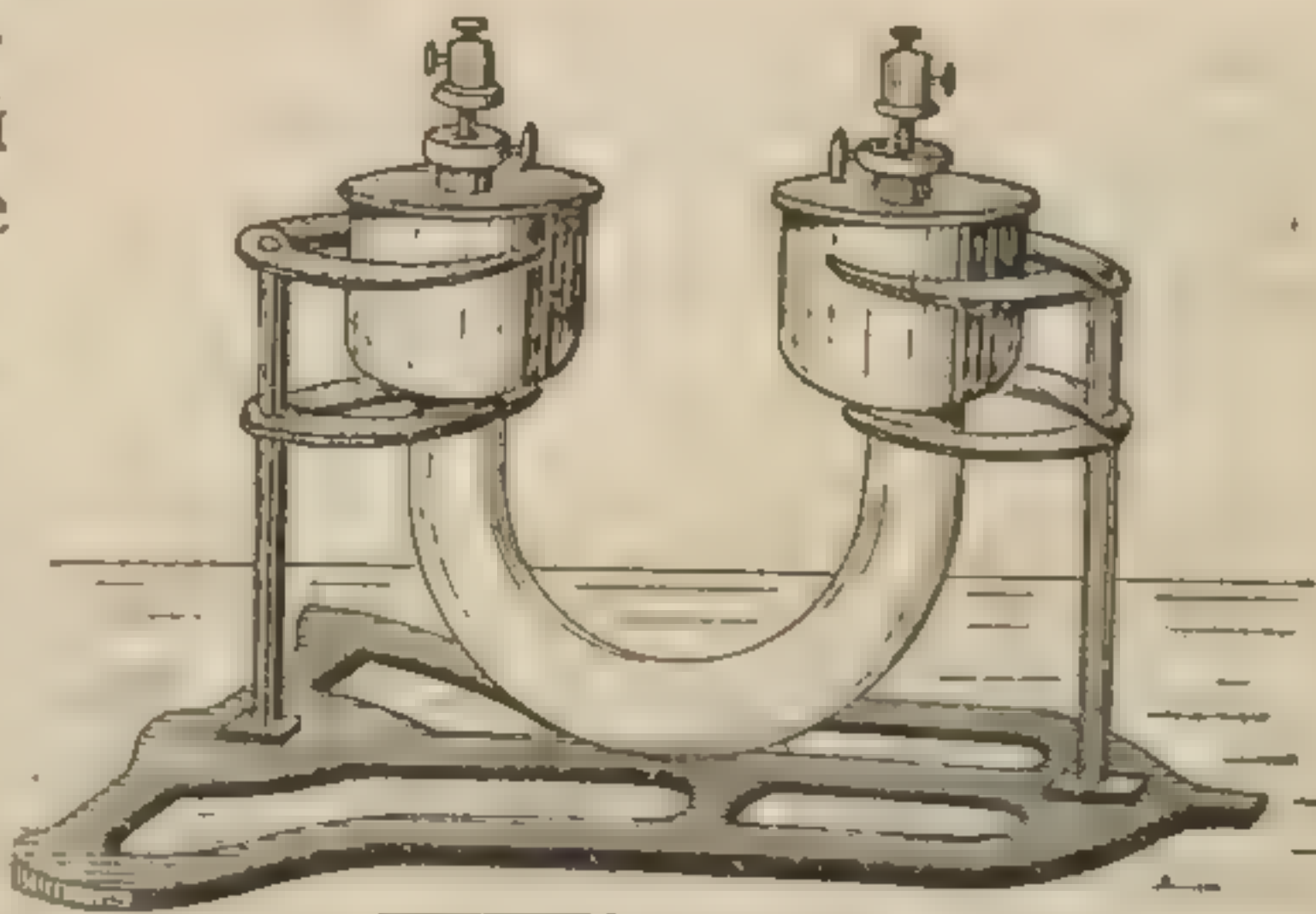


Рис. 63. Электроды

версальном мостике отсчитывается сразу на линейке, находящейся под проволокой. При таком положении контакта в телефоне n , соединяющем концы проволоки, тока не наблюдается и наступает почти полное затухание звука. Зная величину сопротивления R введенного нами в цепь (вынимая тот или иной штепсель) и отно-

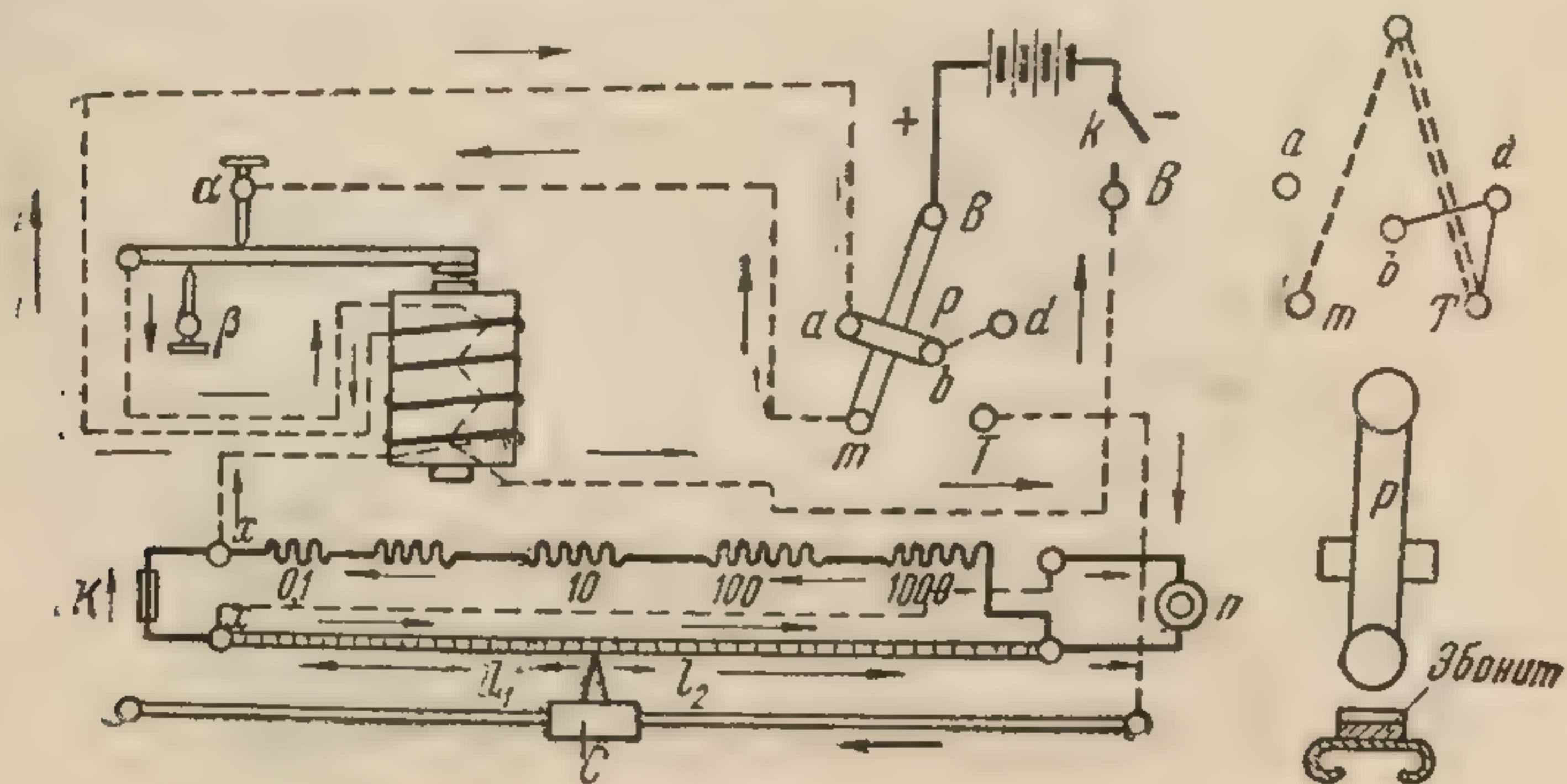


Рис. 64. Схема внутреннего устройства аппарата

шение отрезков проволоки, находят сопротивление молока E ; а так как электропроводность L есть величина обратно пропорциональная сопротивлению, то

$$L = \frac{1}{E}$$

Величина E равняется введенному в цепь сопротивлению, умноженному на отношение отрезков проволоки.

Пример. Пусть в цепь внесли 100 омов, а подвижный контакт стал на делении 2,1. Тогда величина E будет равна:

$$E = 100 \cdot 2,1 = 210.$$

Для выражения электропроводности молока в величине удельной электропроводности необходимо найденную величину умножить на сопротивление того аппарата, которым производят определение. Последняя величина называется емкостью сопротивления сосуда C и является постоянной для данного аппарата при одной и той же длине проводов, соединяющих телефон, сосуд и элементы.

Для определения емкости сопротивления сосуда пользуются раствором, электропроводность которого известна, например, 0,02 N раствором хлористого калия.

Для этой цели в сосуд наливают 0,02 N , раствор хлористого калия так, чтобы в него были погружены оба электрода, оставляют термометр и при температуре 25° пропускают индукционный ток, ставя переключатель на контакт. Контакты B должны быть соединены с батареей из двух элементов. В цепь вводят сопротивление в 100 омов, вынув для этой цели штепсель на цифре 100 в ма-

газине...
личину...
прерывате...
вдоль мет...
ный к уху...
которой ста...
число омов...
ристого ка...

Пример...
звук в телеф...
раствора хлор...
кость сопроти...

Зная эту...
лока К. Оп...
водят таким...
сосуда.

В соверш...
ко, нагрето...
точно указа...
ную баню...
катушки.

В цепь...
ной контак...
в телефоне...
острие под...
Удельн...

где: E — с...

C — е...

Обычно...
омов, умн...
знаменате...

Приме...
такт при м...
— 0,9688; о...

Очень...
ратом ЦН...

газине сопротивления. Подвинтив винтик а на соответствующую величину, чтобы получить правильное замыкание и размыкание якоря прерывателя катушки и отчетливый поющий звук, двигают муфтой вдоль металлического стержня до тех пор, пока телефон, приложенный к уху, даст наименьшую силу звука. Отсчитывают цифру, против которой стало острие стрелки муфты и, умножая эту величину на число омов, введенных в цепь, и удельную электропроводность хлористого калия, находят емкость сопротивления сосуда.

Пример. Пусть в цепь введено 100 омов, подвижной контакт при минимуме звука в телефоне стоит на величине 0,35: удельная электропроводность 0,02 N раствора хлористого калия при $25^{\circ} = 0,002768$ (при $18^{\circ} = 0,002399$). Отсюда емкость сопротивления сосуда С равняется:

$$C = 100 \cdot 0,35 \cdot 0,002768 = 0,9688.$$

Зная эту величину, определяют удельную электропроводность молока К. Определение удельной электропроводности молока производят таким же образом, как и определение емкости сопротивления сосуда.

В совершенно сухие чистые сосуды наливают исследуемое молоко, нагретое до 25° , опускают в него электроды и, поддерживая точно указанную температуру (погружая сосуды Кольрауша в водяную баню при этой же температуре), пускают индукционный ток от катушки.

В цепь вводят сопротивление в 100 омов и передвигают подвижной контакт в ту или иную сторону до установления минимума звука в телефоне. Записывают деление линейки, на котором остановилось острие подвижной муфты.

Удельная электропроводность (K_{25}) равняется:

$$K_{25} = \frac{1}{E} \cdot C,$$

где: E — сопротивление молока в омах (введенное сопротивление, умноженное на отношение отрезков проволоки),

C — емкость сопротивления сосуда.

Обычно принято удельную электропроводность выражать числом омов, умноженным на 10^{-4} , вместо того, чтобы писать единицу со знаменателем.

Пример. Пусть в цепь введено сопротивление в 100 омов; подвижной контакт при минимуме звука в телефоне стал на 2,1; емкость сопротивления сосуда — 0,9688; отсюда:

$$K_{25}^0 = \frac{1}{100 \cdot 2,1} \cdot 0,9688 = 0,004614 = 46,16 \cdot 10^{-4}.$$

б) Прибором ЦНИЛКИП

Очень удобно проводить определение электропроводности аппаратом ЦНИЛКИП (модель 1935 г.).

Прибор (рис. 65) построен по схеме равновесного мостика Уитстона, в котором J — трансформатор, R — набор сопротивлений, $г$ — электродный сосуд для испытуемой жидкости, T — нулевой гальванометр.

Прибор включается в осветительную цепь переменного тока. Трансформатор понижает напряжение сети до 4v. Все клеммы шка-

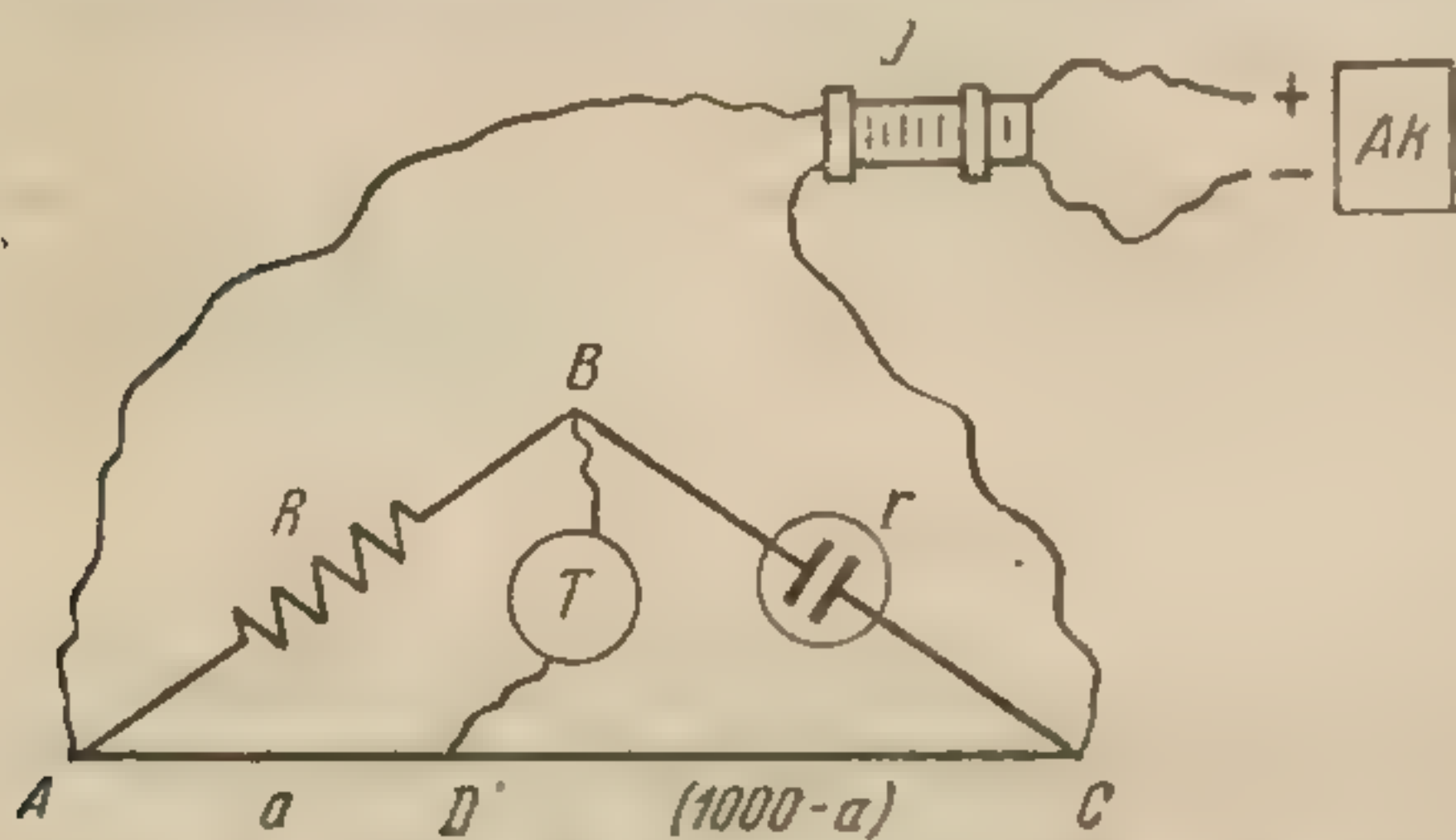


Рис. 65. Схема мостика Кольрауша для определения электропроводности.

лы и рукоятки, необходимые для уравнивания мостика, сосредоточены на верхней панели прибора (рис. 66).

На рисунке г обозначает клеммы для включения сосуда с испытуемым раствором, D — ручку диска со шкалой отсчета, F — окно и шкалу прибора с делениями, R — переключатель сопротивления, T — нулевой стре-

лочный гальванометр, B — выключатель питания прибора.

Введение купоросного выпрямителя в цепь нулевого инструмента затрудняет точное уравнивание мостика переменного тока, так как чувствительность нулевого прибора к переменному току резко убывает при состоянии мостика, близком к равновесию.

Поэтому положение точки, соответствующее равновесию мостика, находится как среднее из двух ее положений.

Определение электропроводности ведется, как описано в предыдущем методе.

Для проведения измерений ручку переключателя B поворачивают против часовой стрелки и переключателем R отыскивают сопротивление, наиболее близкое к сопротивлению испытуемого раствора, чему соответствует наименьшее отклонение стрелки гальванометра от нулевой точки.

Вслед за этим вращают ручку диска D до тех пор, пока стрелка гальванометра, дойдя до нуля, вернется точно на второе деление. Записывают соответствующий отсчет по шкале F. Затем вращают ручку диска D в противоположную сторону, пока стрелка гальванометра, дойдя до нулевой точки, вернется снова точно на второе деление. Соответствующий отсчет по шкале диска также записывают.

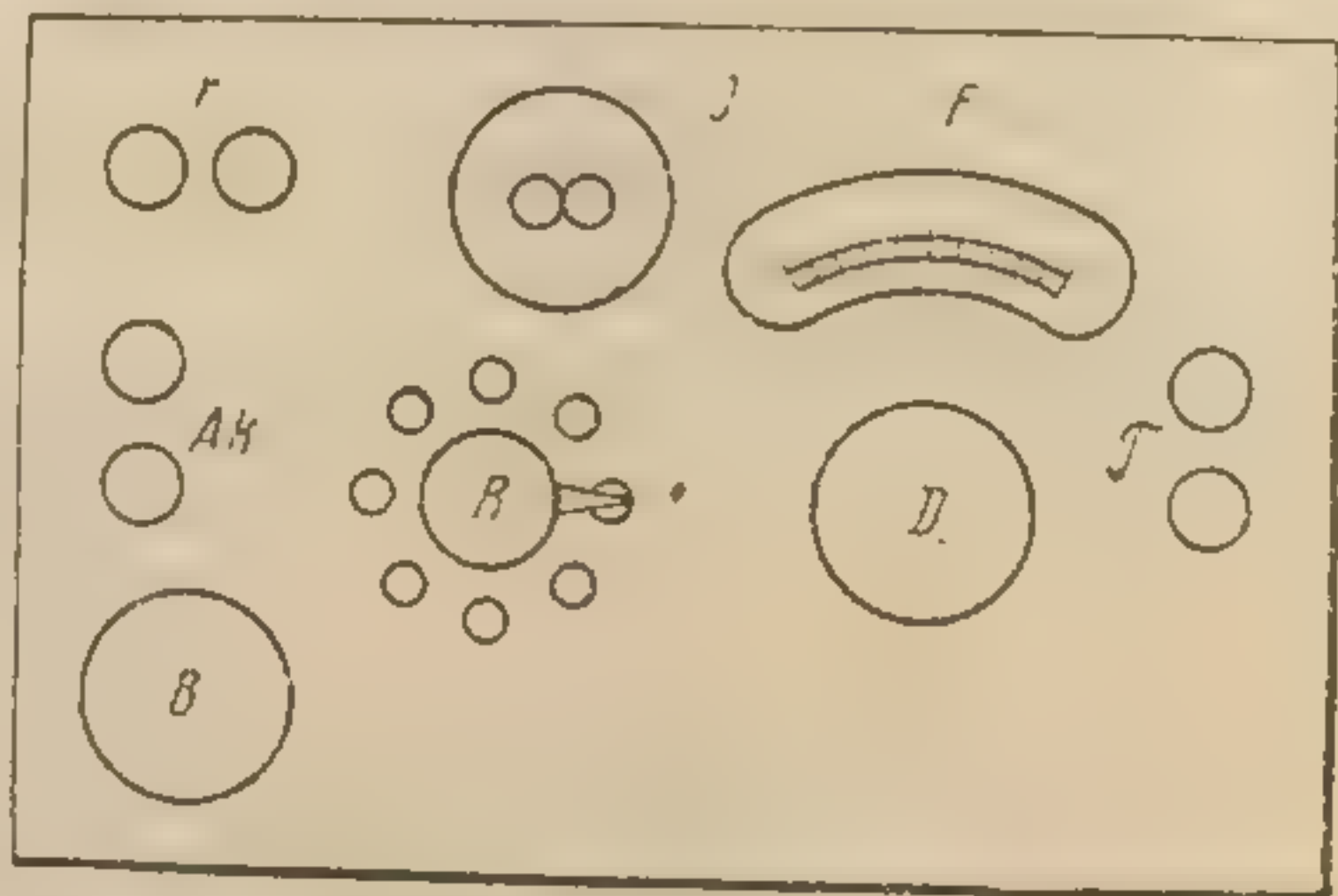


Рис. 66. Прибор ЦНИЛКИП для определения электропроводности

Электропроводность исследуемого раствора:

$$L = \frac{a}{R \cdot (1000 - a)}$$

Удельная электропроводность:

$$K = \frac{C \cdot a}{R \cdot (1000 - a)}$$

где: C — константа для данного электродного сосуда или „емкость сопротивления“, величина которого определяется, как указано в предыдущем методе, каким-либо стандартным раствором KCl , величина L которой известна,

a — сопротивление отрезка цепи,

R — включенное сопротивление.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ В ВИСКОЗИМЕТРЕ

В вискозиметре (рис. 67) через широкую трубку d наливают около 10 мл воды, затем, надев на другой конец прибора резиновую трубку, засасывают воду в шарик узкой части вискозиметра на сантиметр выше черты b . При засасывании необходимо следить, чтобы в трубке не оставалась вода на уровне ниже капиллярной трубки k . Затем дают жидкости свободно вытекать через капиллярное отверстие k . Когда уровень жидкости достигнет черты b , пускают секундомер (или замечают время по секундной стрелке часов) и закрывают его (или отсчитывают время на часах) в тот момент, когда жидкость опустится до черты c . Таким образом определяют скорость истечения жидкости через капилляр, повторяя определение не менее 3 раз, причем температура воды должна быть точно 20° . Поддерживать температуру лучше всего, поместив вискозиметр в стеклянную ванну с водой, нагретой до 20° . После измерения времени вытекания воды от уровня b до c вискозиметр промывают испытуемым молоком, после чего его наполняют молоком при 20° в таком же объеме, в каком бралась вода, и измеряют скорость истечения молока между теми же черточками вискозиметра. По полученным цифрам определяют удельную вязкость молока, которая равна:

$$\eta_{20}^\circ = \frac{d \cdot t}{t_1},$$

где: η_{20}° — удельная вязкость,

d — плотность молока,

t — время (в сек.) истечения молока,

t_1 — время (в сек.) истечения воды.

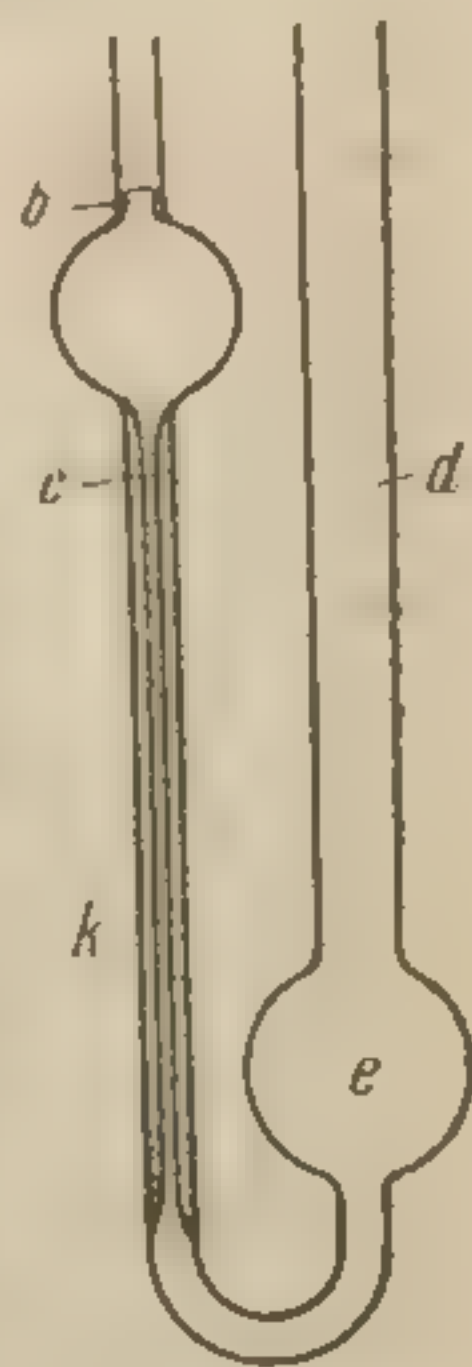


Рис. 67.
Вискозиметр

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО НАПРЯЖЕНИЯ СТАЛАГМОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Для определения поверхностного натяжения пользуются сталагмометрами (рис. 68).

Сталагмометр укрепляют перпендикулярно в штативе и набирают в него хорошо перемешанное молоко, имеющее температуру 20° , несколько выше черты а, затем пользуясь прибором как пипеткой, считают число капель, вытекающих из объема молока между чертами а и б. Опыт повторяют не менее 2 раз. Затем сталагмометр тщательно промывают, набирают в него дистиллированную воду при той же температуре (20°) и до той же черты, как молоко, и считают число вытекающих капель воды из того же объема сталагмометра (между а и б).

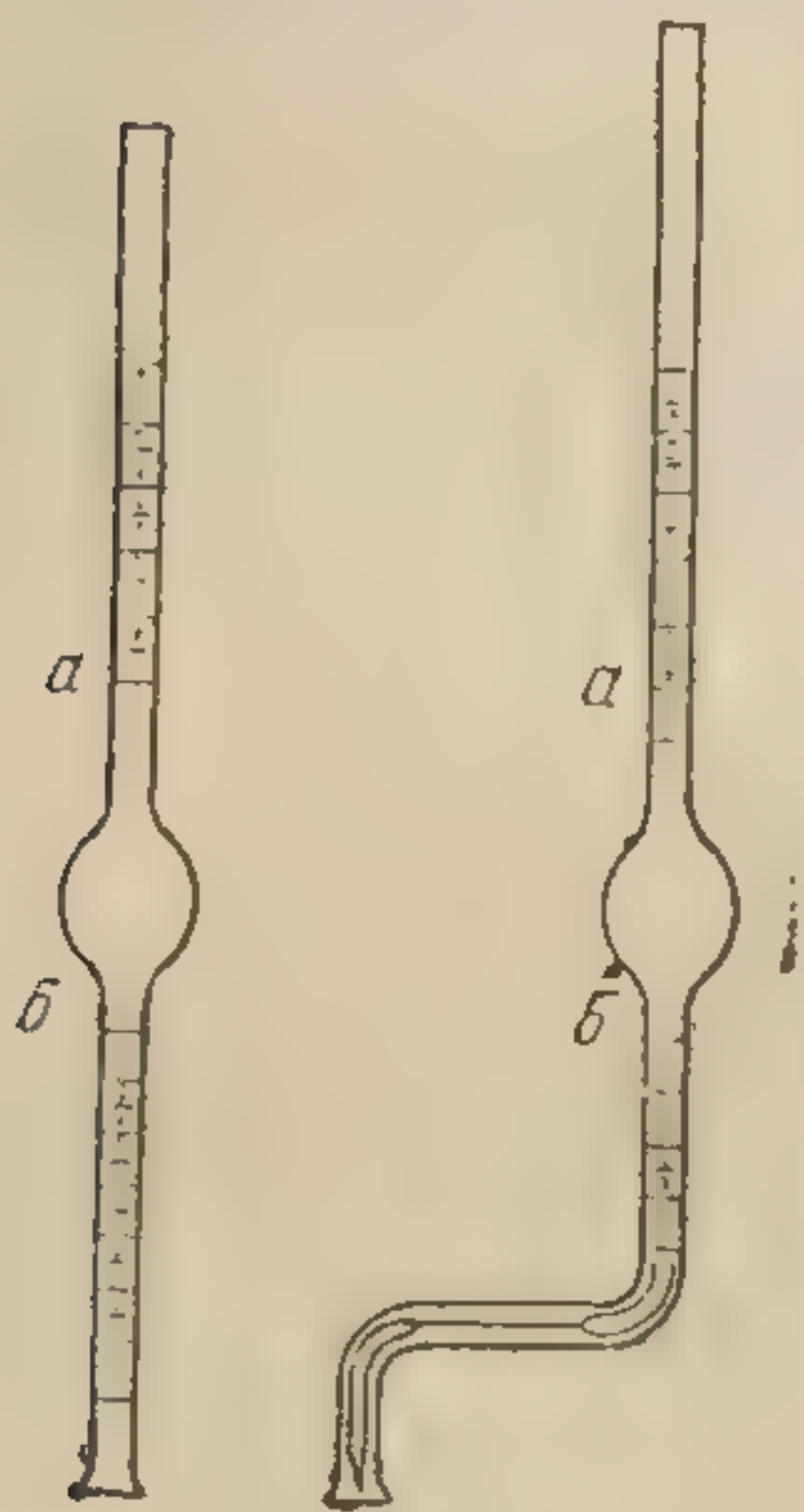


Рис. 68. Сталагмометр

Относительное поверхностное натяжение получают делением числа капель воды на число капель молока и умножением на плотность.

Абсолютное поверхностное натяжение в динах на 1 см находят по формуле:

$$\delta_t = \frac{d \cdot N \cdot \delta_b}{n \cdot D}, \text{ при } 20^\circ$$

$$\delta_{20^\circ} = \frac{d \cdot N \cdot 72,53}{n \cdot 0,9983} \text{ дин/см,}$$

где: δ_t — поверхностное натяжение молока (в дин/см),
 N — число капель воды,
 δ_b — поверхностное натяжение между водою и воздухом; при $20^\circ = 72,53$ дин/см,
 n — число капель молока,
 d — плотность молока,
 D — плотность воды; при $20^\circ = 0,9983$.

При 15° поверхностное натяжение между водою и воздухом — 73,26 дин/см; при 25° — 71,78 дин/см.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСЛА И ВЕЛИЧИНЫ ЖИРОВЫХ ШАРИКОВ

Существуют два основных метода подсчета и измерения жировых шариков в молоке: по первому методу молоко исследуется в капиллярной трубке, по второму — в плоской счетной камере (стр. 154).

Ввиду значительного разбавления молока для определения и легкости отстаивания жировых шариков оба метода являются лишь приблизительными, показывая разницу в парных определениях, даже при соблюдении всех необходимых условий, иногда до 20%.

а) В капиллярных трубках

Для этого метода употребляют стеклянные капиллярные трубки диаметром приблизительно около 0,1 мм и длиною до 5 см при условии, чтобы они были одного и того же диаметра на протяжении всей длины трубки.

10 мл хорошо перемешанного молока разводят в мерной колбе водой до объема в 500 мл, тщательно перемешивают, погружают в него конец капиллярной трубки и после наполнения ее молоком запаивают концы, нагревая их на маленьком огне.

Таких капилляров готовят не менее трех. Затем капилляры кладут в совершенно горизонтальном положении на предметное стекло, прикрепляют с обоих концов каплей расплавленного воска и оставляют в покое на 0,5 часа, чтобы дать возможность всем жировым шарикам подняться наверх и быть приблизительно в одной плоскости.

Потом на капилляры наносят каплю воды или глицерина, покрывают покровным стеклом и рассматривают в микроскопе при малой диафрагме и увеличении приблизительно в 300—500 раз, пользуясь окуляром с микрометрическими делениями. Сначала определяют внутренний поперечный диаметр капиллярных трубок в делениях окулярного микрометра, поместив окулярную шкалу так, чтобы она составляла прямой угол с длиной трубки, и устанавливая микрометр на обе пограничные образуемые стенками трубки линии. Определение диаметра трубки — операция довольно сложная, так как величина видимого в микроскопе диаметра капилляра будет изменяться в зависимости от той жидкости, в которую погружены капилляры; та же самая трубка, например, имеющая видимый диаметр в 65 делений микрометра в воздухе, будучи опущена в воду, показывает 56 делений, а в глицерине 52. Это явление происходит благодаря преломлению световых лучей, идущих из стекла в менее плотную жидкость. Поправка может быть произведена делением диаметра трубки по отсчету микрометра на отношение коэффициента преломления стекла, из которого трубка сделана, к коэффициенту преломления жидкости.

Если принять коэффициент преломления стекла 1,514, воды 1,333 и глицерина 1,451, то при погружении капилляров в воду найденную величину диаметра трубки нужно умножить на $0,89 \left(\frac{1,333}{1,514} \right)$, при погружении в глицерин на $0,96 \left(\frac{1,451}{1,514} \right)$.

Измерив диаметр капилляра d в делениях шкалы микрометра, подсчитывают число жировых шариков, находящихся на протяжении 100 делений шкалы микрометра по длине трубки.

По прилагаемым к микрометрическому окуляру таблицам можно узнать величину одного деления шкалы микрометра для объектива и окуляра, с которыми производили отсчет.

Пусть одно деление микрометра соответствует 0,0025 мм, тогда объем капилляра J (в котором сосчитано число жировых шариков) будет равен:

$$J = \frac{d^2 \cdot \pi \cdot 100 (0,0025)}{4} \text{ мл.}$$

Если в этом объеме количество жировых шариков найдено равным а, то в 1 мл молока при разбавлении его в 50 раз будет:

$$A = \frac{a \cdot 4 \cdot 50}{d^2 \cdot \pi \cdot 100 \cdot (0,0025)}.$$

где: А — число жировых шариков в 1 мл молока,

d — диаметр капилляра,

π — постоянная величина — 3,14.

Чтобы уменьшить ошибку, происходящую вследствие неравномерного распределения жировых шариков, делают три подсчета для каждого капилляра в разных местах, а затем вычисляют среднеарифметическое. Кроме того, счет жировых шариков ведут в трех разных капиллярах; всего, таким образом, производят девять определений, из которых выводят среднее.

Зная содержание жира в молоке Ж, можно определить средний объем шарика (v) по формуле:

$$V = \frac{Ж \cdot 1,1}{1\,000\,000 \cdot B},$$

где: Ж — процент жира в молоке,

B — число жировых шариков в 1 мл молока,

1,1 — множитель, полученный от деления плотности молока на плотность масляного жира (для перевода весовых процентов в объемные).

Средний диаметр (D) шарика может быть вычислен из среднего объема по формуле:

$$D = \sqrt[3]{\frac{6 V}{\pi}},$$

Для характеристики величины жировых шариков важно знать не среднюю величину диаметра их, а относительное количество шариков различной величины.

В этом случае все количество жировых шариков при отсчете в капиллярах разбивают на несколько групп: шарики диаметром меньше 1 μ, от 1 до 3 μ, от 3 до 6 μ и больше 6 μ. Количество шариков каждой группы записывают и на основании всех определений находят средние величины. Конечно, при такого рода вычислениях нет надобности измерять диаметр каждого шарика, а надо делать это приблизительно, пользуясь микрометрической окулярной линейкой.

Деление величины шариков на группы может быть и иное, в зависимости от поставленного задания.

б) В плоских счетных камерах

При этом методе пользуются счетными камерами с глубиной камеры в 0,015 мм. Перед использованием прибором стеклянную пластинку и покровное стекло камеры тщательно вымывают водой с мылом (на куске бумажной ткани), несколько раз прополаскивают водой и сушат мягкой материей.

Исследуемое молоко хорошо перемешивают, 10 мл его отмеривают в мерную колбу емкостью 250 мл, доводят водой до метки и тщательно взбалтывают. Затем, не давая жировым шарикам отстояться, небольшое количество разбавленного молока переносят платиновой иглой с петлей в центр камеры и покрывают покровным стеклом. Последнее слегка нажимают возле краев и немного двигают до тех пор, пока не достигают полного соприкосновения поверхностей, что узнают по спектральным кольцам, появляющимся как раз в том месте поверхности, где соприкасается стеклянная пластинка с покровным стеклом. Камеры кладут на столик микроскопа и устанавливают его так, чтобы отчетливо видеть изображение основной сетки камеры и контуры жировых шариков.



Сетка камеры (рис. 69) представляет квадрат, разделенный на 16 более мелких квадратиков, ограниченных рамками из трех параллельных линий. Каждый квадратик, в свою очередь, разделен на 16 еще более мелких квадратиков.

В поле зрения микроскопа видим эти мелкие квадратики. Площадь каждого квадратика равняется $\frac{1}{400}$ мм², глубина камеры 0,015 мм; следовательно, объем всех квадратиков будет:

$$\frac{0,015 \cdot 16}{400} \text{ мм}^3 = 0,0006 \text{ мл.}$$

Счет шариков и измерение величины их удобно производить в микроскопах при тубусе в 160 мм, объективе 3 и окуляре 5.

Установив микроскоп, отсчитывают число жировых шариков, находящихся в квадратиках; при этом нет надобности считать число шариков во всех 16 квадратиках, — достаточно взять 5—6, произвести подсчет только в них, найти среднее для каждого квадратика и умножить эту величину на число всех квадратиков.

Пусть число жировых шариков в одном квадратике будет a , тогда в объеме всех 16 квадратиков будет $16 \cdot a$, а так как этот объем

равняется 0,0006 мл, то, следовательно, в 1 мл разбавленного молока жировых шариков будет:

$$\frac{a \cdot 16}{0,0006}.$$

При разбавлении молока в 25 раз в 1 мл исследуемого молока число жировых шариков b равняется:

$$b = \frac{a \cdot 16 \cdot 25}{0,0006}.$$

Для точности определения числа жировых шариков в молоке необходимо сделать по крайней мере разбавление молока в двух мерных колбах и из каждой взять по три петли в камеру, всего произведя отсчеты в шести препаратах. Зная число жировых шариков в 1 мл молока B и процент жира $Ж$ в молоке, можно определить средний объем шариков (v) по формуле:

$$V = \frac{Ж \cdot 1,1}{100\,000 \cdot B} \text{ мл.}$$

где: 1,1 — множитель для перевода жира с весовых процентов в объемные.

Диаметр среднего шарика (D) равняется:

$$D = \sqrt[3]{\frac{6 \cdot 1,1 \cdot Ж}{100\,000 \cdot B \cdot \pi}} = \sqrt[3]{\frac{6 \cdot V}{\pi}}.$$

Определив число жировых шариков, можно разбить их на группы по величине, пользуясь окулярной линейкой. Для этого накладывают указанную линейку на сетку камеры и подсчитывают число шариков с диаметром меньше 1 μ , от 1 до 3 μ , от 3 до 6 μ и т. д.

Для удобства и точности подсчета и измерения их диаметра жировые шарики можно сфотографировать вместе с сеткой в плоской камере, наставив на микроскоп микрофотокамеру. Снимок получается увеличенным, благодаря чему легко измерить каждый шарик, накладывая транспортёр известного масштаба на фотографию.

Такой подсчет позволяет вычислить объем жира, содержащегося во всех шариках, объем шарика средней величины и средний диаметр шарика.

Умножая объем шарика жира определенного диаметра на число всех имеющихся подобных шариков, получают объем жира во всех шариках этого размера. Повторяя это действие для шариков каждого размера отдельно и складывая сумму этих чисел, находят общий объем всего жира, находящегося в измеренном объеме молока.

Если полученный таким образом объем разделить на общее число шариков, то получим объем шарика средней величины, откуда по известной уже формуле:

$$D = \sqrt[3]{\frac{6 V}{\pi}},$$

высчитывают диаметр шарика средней величины.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОЕМКОСТИ

Метод Розовского [21]

Прибор для определения состоит из сосуда Дьюара а, железной спирали б, вольтметра в и амперметра А, соединенных в цепь от батареи. Сосуд Дьюара имеет пробку, в отверстие которой пропущены термометр и спираль (рис. 70).

Вливают молоко в сосуд Дьюара, заполнив его на $\frac{2}{3}$ объема. Вес молока устанавливают заранее, закрывают сосуд пробкой со вставленными в нее термометром и спиралью, отсчитывают температуру молока, включают ток. Через определенный промежуток времени t , отсчитанный по секундомеру, ток выключают и записывают показания вольтметра $г$, амперметра i и температуры молока. Вычисление удельной теплоемкости молока производят по формуле:

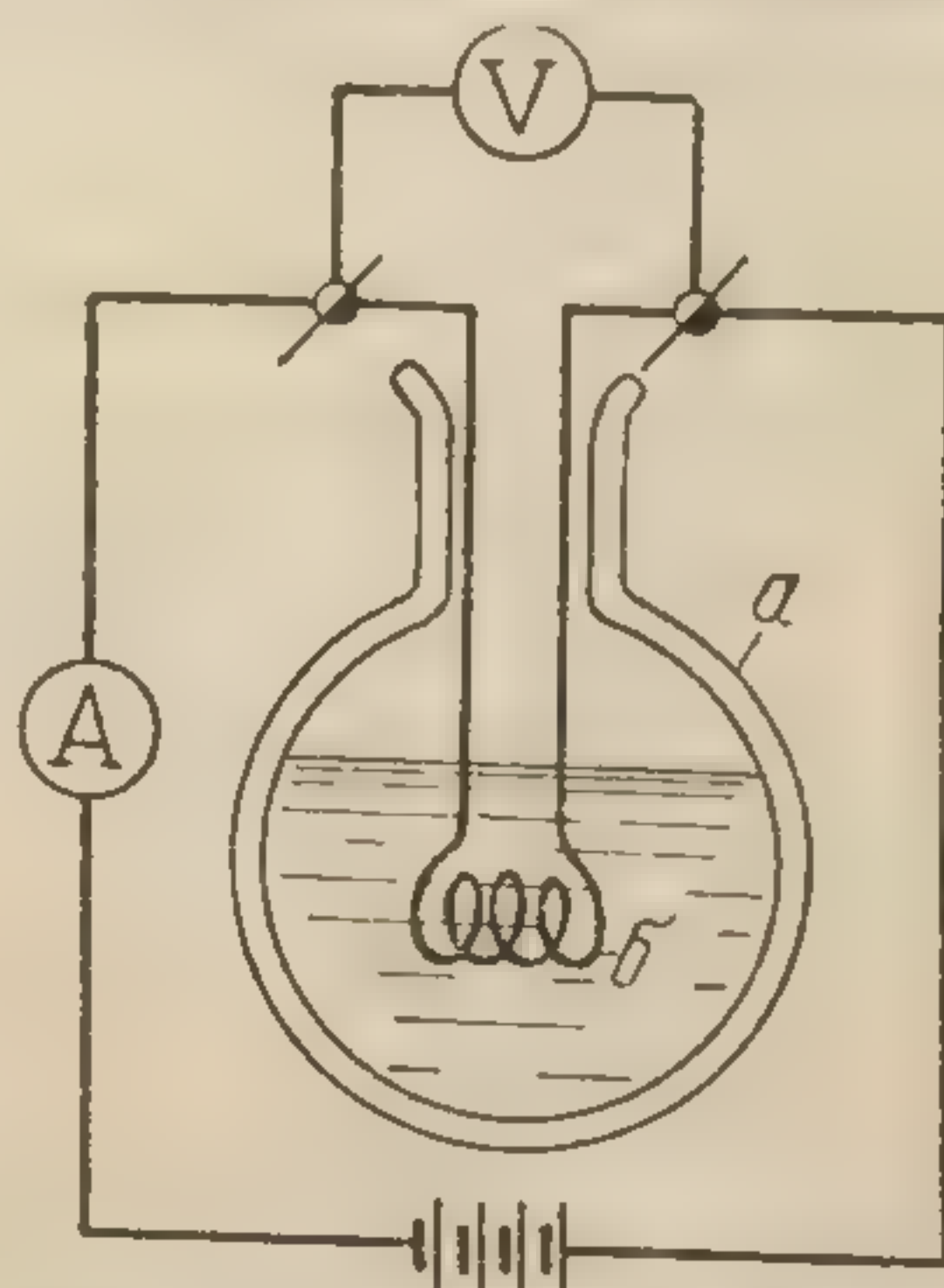


Рис. 70. Схема прибора для определения теплоемкости

$$C = \frac{0,24 \cdot i^2 \cdot r \cdot t - (m_1 C_1 + m_2 C_2 + 0,46 m_3) t^\circ}{M t^\circ},$$

где: 0,24 — число калорий, эквивалентных 1 джаулю,

i — показание силы тока (в амперах),

r — сопротивление (в вольтах),

t — время (в сек.),

m_1 — вес сосуда ($\frac{2}{5}$ части его),

C_1 — удельная теплоемкость стекла,

m_2 — вес спирали (в г),

C_2 — удельная теплоемкость железа,

m_3 — объем погруженной в молоко части термометра (в мл), определяемой по объему вытесненной воды (в отдельном опыте),

t° — температура молока,

M — количество молока (в г).

Например, если $i=1,5A$, $r=11V$, $t=10$ мин. (600 сек.),
 $m_1=3,6$ г, $C_1=0,2$, $m_2=0,5$ г, $C_2=0,11$, $m_3=3,5$ мл, $t^\circ=4^\circ$, $M=938$ г, то:

$$C = \frac{0,24 \cdot i_2 \cdot r \cdot 600 - (3,6 \cdot 0,2 + 0,5 \cdot 0,11 + 0,46 \cdot 3,5) \cdot 4}{938 \cdot 4} = 0,947$$

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЫЧУЖНОЙ СВЕРТЫВАЕМОСТИ МОЛОКА ПО БЕЛОУСОВУ

Отмеривают 10 мл исследуемого молока в пробирки, которые помещают в водяную баню, нагретую до $40-41^\circ$. Когда температура молока достигнет 40° , в каждую пробирку вносят 1 мл 0,02%-ного раствора сычужного порошка (реактив 65) и содержимое пробирки быстро перемешивают. Этот момент считается началом свертывания, и время отсчитывается секундомером. Через каждые 2—3 мин. пробирки слегка наклоняют, что дает возможность установить начало свертывания и конец образования сгустка. Перед началом свертывания молоко становится гуще, и таким образом возможно определить точное время начала свертывания. Когда при перевертывании пробирки сгусток не разрушается, это считается концом образования сгустка и момент этот также отсчитывается секундомером.

Разность отсчетов секундомера конца образования сгустка и начала свертывания показывает продолжительность желатинизации.

В зависимости от степени свертывания молоко разделяют на три типа:

Тип	I—	молоко свертывается в течение времени до	15	мин.
II—			20—25	
III—			не ранее чем через	90
			или образует не сгусток, а мелкие хлопья.	

Молоко со свертыванием от 15 до 20 мин. и от 25 до 90 мин. является переходным от одного типа к другому.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛАТИНИЗАЦИИ МОЛОКА МЕТОДОМ ИОНИНА [22]

В тонкостенные пробирки наливают 10 мл молока и 0,8 мл 10%-ного раствора $CaCl_2$; все перемешивают и осторожно нагревают в водяной бане.

Нормальное молоко при температуре около 60° , что определяют, спустив в пробирку термометр, должно желатинизироваться.

Желатинизация молока при температуре выше 70° является признаком болезни вымени коровы. Разбавление молока водою в количестве до 30% не изменяет температуры желатинизации.

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКОСТИ МОЛОКА ПРИ НАГРЕВАНИИ

а) Фосфатная проба

В сухую пробирку отмеривают пипеткой 10 мл молока, добавляют из бюретки 1 мл 1,5 N раствора KH_2PO_4 и, перемешав, погружают в кипящую баню на 5 мин. После охлаждения просматривают состо-

яние молока
молока. Мол
ребяты для

В сухую
ки. Добавля
жирное проб
на 5 мин. О
коагуляция
молока при
пробе, счита
ства сгущен
правлено вн

14. ОП

К 10 мл
ли 0,1%-ног
после чего
окрашивани

В других
титрование
метилоранж

Количес
При титрова
няя величин
рН 6,8 до р

Буферно
ставляет о
около 18 м

Получи
ронах, рас
лочи. Буфе

створа нор
вить к 100

Буферн

где: $V_{\text{ш}}$ —
 K —

где: V_k —
 K_1 —
10 —

яние молока. Видимая коагуляция показывает на низкую стойкость молока. Молоко, свернувшееся при фосфатной пробе, нельзя употреблять для производства сгущенного стерилизованного молока.

б) Кальциевая проба

В сухую пробирку пипеткой отмеривают 1,0 мл молока из бюретки. Добавляют 0,5 мл 1 %-ного раствора хлористого кальция. Содержимое пробирки смешивают и пробирку помещают в кипящую воду на 5 мин. Охлаждают и рассматривают состояние молока. Видимая коагуляция показывает на низкую термоустойчивость сгущенного молока при стерилизации. Молоко, свернувшееся при кальциевой пробе, считается браком, и не может употребляться для производства сгущенного стерилизованного молока, но оно может быть исправлено внесением солей.

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУФЕРНОСТИ И БУФЕРНОЙ ЕМКОСТИ

а) Методом титрования по Дьяченко [23]

К 10 мл молока в небольшой конической колбе прибавляют 3 капли 0,1 %-ного раствора фенолфталейна (в 50 %-ном растворе спирта), после чего молоко титруют 0,1 N раствором NaOH до слабозащелочивания.

В других 10 мл молока в такой же конической колбе производят титрование 0,1 N раствором соляной кислоты с 0,1 %-ным раствором метилоранжа до появления красного окрашивания.

Количество щелочи и кислоты рассчитывают на 100 мл молока. При титровании молока щелочью реакция сдвигается с pH 6,8 (средняя величина pH для молока) до 8,2. При титровании кислотой — с pH 6,8 до pH 4,7.

Буферность 100 мл молока на кислотной стороне в среднем составляет около 21 мл 0,1 N раствора HCl, на щелочной стороне — около 18 мл 0,1 N раствора NaOH.

Получив цифры буферности молока на кислотной и щелочной сторонах, рассчитывают буферную емкость молока по кислоте и щелочи. Буферной емкостью называется количество миллилитров раствора нормальной кислоты или щелочи, которое требуется прибавить к 100 мл молока, чтобы сдвинуть его pH на единицу.

Буферную емкость получают по следующей формуле:

$$B_{\text{щ}} = \frac{K}{1,4 \cdot 10},$$

где: $B_{\text{щ}}$ — буферная емкость по щелочи,

K — буферность по щелочи;

$$B_{\text{к}} = \frac{K_1}{2,1 \cdot 10},$$

где: $B_{\text{к}}$ — буферная емкость по кислоте,

K_1 — буферность по кислоте,

10 — коэффициент перевода 0,1 N раствора в 1 N раствор.

б) Методом электрометрического титрования по Дьяченко [24]

Определение буферной емкости можно производить электрометрическим титрованием.

К 10 мл молока, налитым в сосуд для определения рН в обычном потенциометре, прибавляют на кончике ножа хингидрон и определяют величину рН. Затем прибавляют из микробюретки по 0,03 мл 0,1 N раствора NaOH, определяя после каждого прибавления щелочи величину рН. Такое прибавление ведут до тех пор, пока величина рН превысит начальную величину на 1,0. Количество миллилитров 0,1 N раствора щелочи, пошедшее на сдвиг рН на единицу, дает цифру буферной емкости.

Общая буферность молока может быть установлена дальнейшим прибавлением 0,1 N раствора щелочи до величины рН 8,2. Израсходованное количество миллилитров щелочи умножают на 10.

Точно таким способом устанавливают буферную емкость и буферность молока по кислоте, прибавляя к 10 мл молока 0,1 N раствор кислоты вместо щелочи.

15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ТОЧКИ БЕЛКОВ МОЛОКА

Изоэлектрическая точка белков молока устанавливается титрованием 100 мл молока 0,1 N раствором HCl до полной коагуляции казеина.

В химический стакан емкостью в 100 мл отмеривают 10 мл молока и 20 мл дистиллированной воды, нагретой до 40°. После этого осторожно, при помешивании стеклянной палочкой, в молоко из бюретки прибавляют 0,1 N раствор кислоты до выпадения хлопьев казеина (избыточная капля кислоты не должна вызывать выпадения белков). Количество миллилитров 0,1 N раствора кислоты, израсходованных для выпадения казеина (в изоэлектрической точке) в 100 мл молока, характеризует изоэлектрическую точку молока.

Обычно на 100 мл молока до изоэлектрической точки необходимо прибавить около 45 мл 0,1 N раствора кислоты.

Изоэлектрическую точку (величину рН) можно установить электротитрованием (см. выше), прибавляя в молоко кислоту до полной коагуляции белков.

16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОСТОРОННИХ ВЕЩЕСТВ И ПРИМЕСЕЙ В МОЛОКЕ

Определение механической загрязненности

Механическую загрязненность определяют отстаиванием грязевых частиц и измерением объема, занимаемого ими, или фильтрованием известного объема молока через ватные или фланелевые фильтры и рассмотрения оставшейся на фильтре грязи.

а) Метод фильтрования

Для фильтрования молока применяют различные приборы с ваг-
ными или фланелевыми фильтрами.

1) Прибор для отдельных проб

Прибор этого вида представляет бутылку без дна, горлышко ко-
торой закрывается металлической сеткой с герметическим затвором
(рис. 71). Перед началом испытания берут ватный кружок, заклады-
вают на сетку, закрывают затвор и на-
ливают в бутылку 0,25 л исследуемого
молока, фильтруя через ватный кружок;
затем затвор открывают, ватный фильтр
снимают и осматривают.

Если требуется количественное опре-
деление грязи, то ватный кружок до его
употребления кладут в стеклянную
бюксу, высушивают при температуре
105° в сушильном шкафу и взвешивают.
Вес записывают, затем ватный кружок
закладывают на сетку и молоко про-
фильтровывают, как указано выше.
После этого в бутылку наливают дести-
лированную воду и ватный кружок про-
мывают несколько раз водой, пока не
будет проходить совершенно чистая во-
да. Теперь ватный кружок снимают с
сетки, переносят в ту же бюксу с при-
тертой крышкой, высушивают при 105°, охлаждают и взвешивают
(высушивание проводят до постоянного веса).

Разница в весе бюксы с ватным кружком после фильтрования
молока и до фильтрования дает вес грязи, количество которой вы-
ражают в процентах в 100 г молока, для чего полученный вес грязи
делят на 2,5 и умножают на 0,97.

2) Прибор для массовых определений

При массовых исследованиях молока на механическое загрязне-
ние удобно пользоваться специальным прибором (рис. 72).

Прибор состоит из металлического сосуда, на верхней отъемной
крышке которого сделано 36 круглых вырезов (есть приборы и на
большее число проб).

Перед началом исследования в круглые вырезки вкладывают ме-
таллические сетки и ватные кружки или тканевые прокладки для
фильтрования. На некоторых приборах под всю верхнюю крышку
подкладывается особая фильтровальная ткань. Затем в каждое
отверстие вкладывают резиновое кольцо, после чего к первому
кольцу прижимают специальный ручной насос, в который наливают

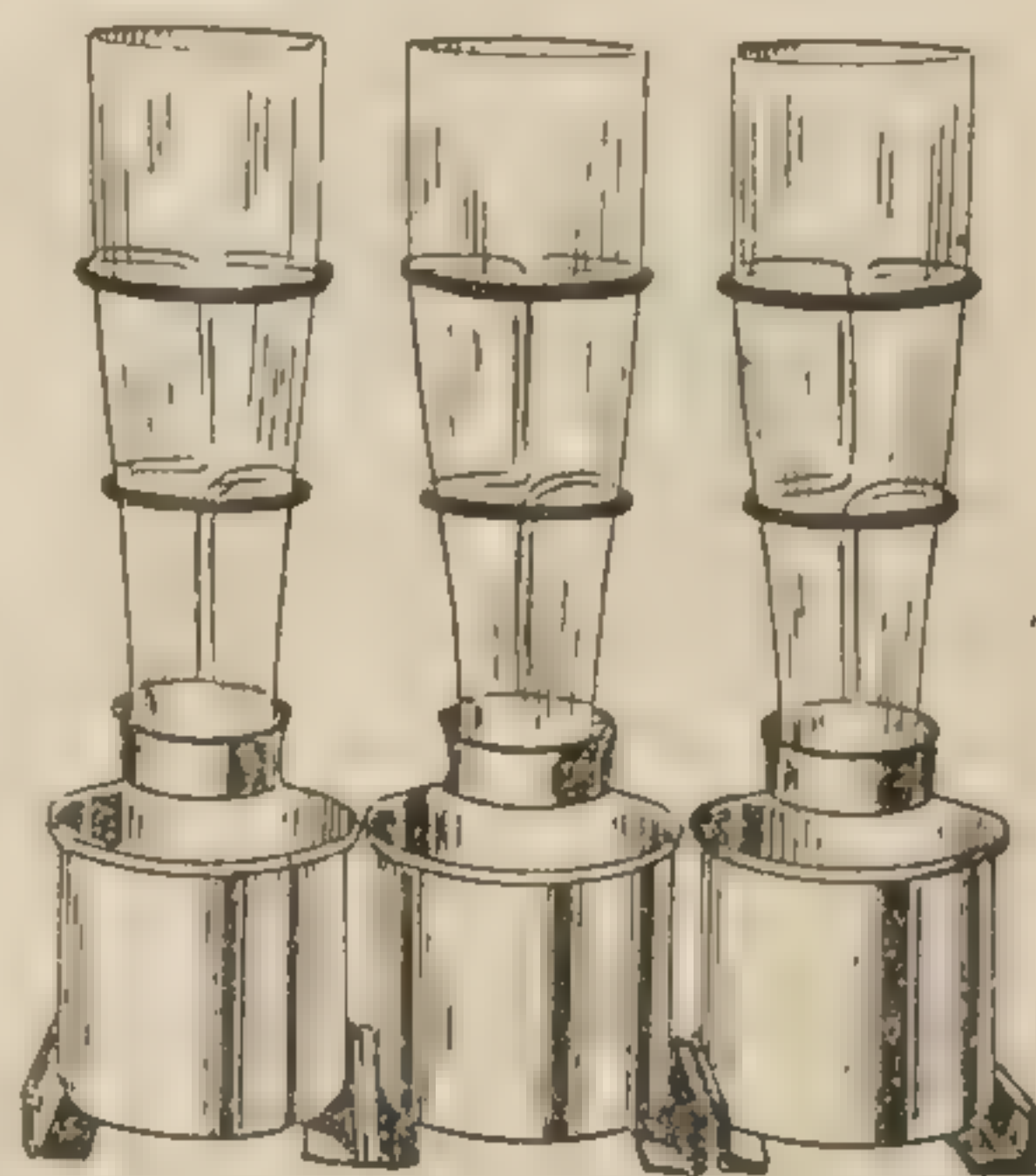


Рис. 71. Прибор для определения
механического загрязнения
молока

исследуемое молоко, нажимая поршнем фильтруют молоко через ткань. Вначале поршень насоса должен быть поднят кверху, чтобы можно было налить в насос исследуемое молоко. Остающиеся после прохождения молока на фильтровальных прокладках частицы грязи дают наглядную картину чистоты молока, которое оценивается, как указано выше.

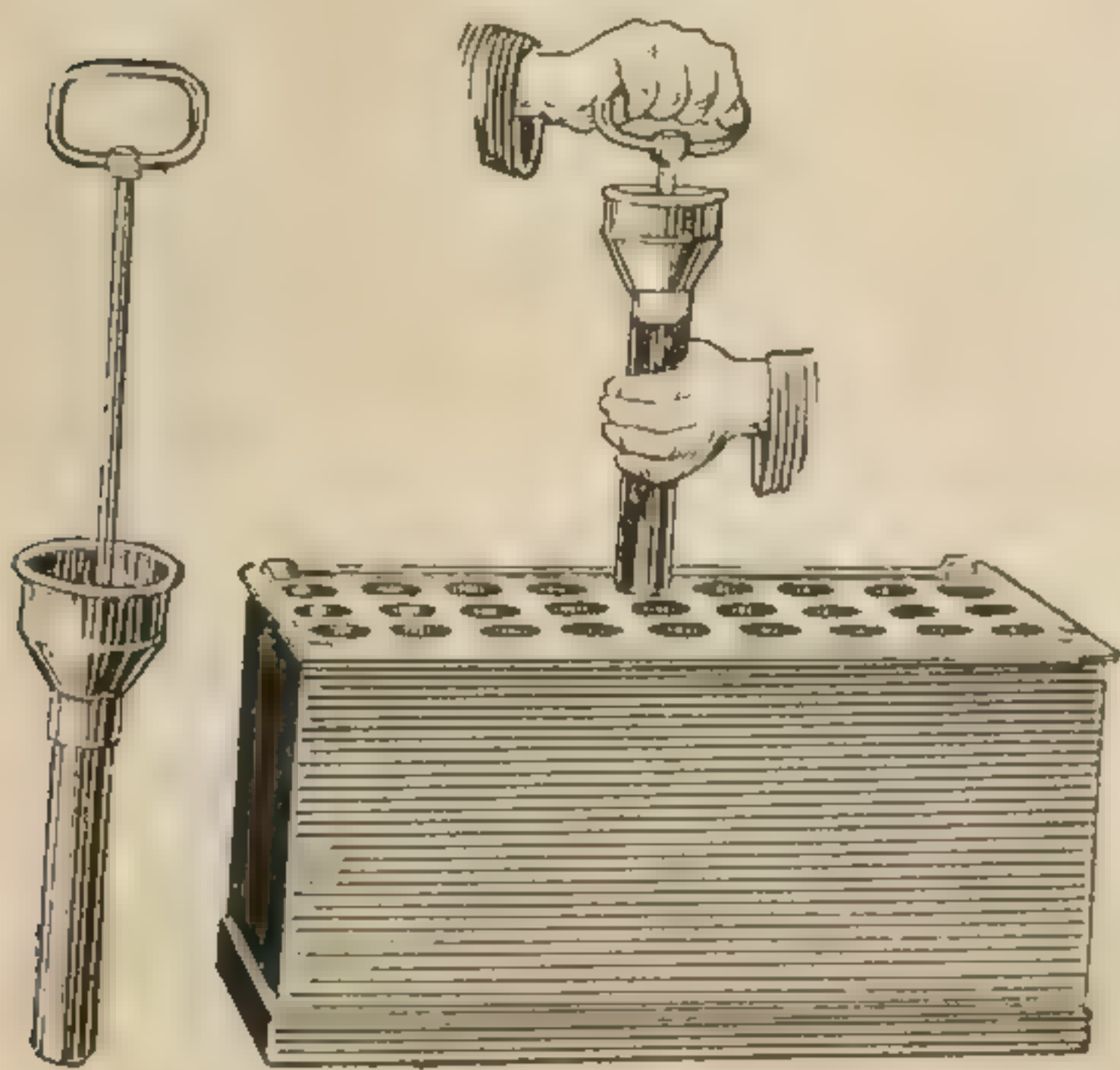


Рис. 72. Прибор для массовых определений механического загрязнения молока

3) Специальный ленточный прибор

При большом количестве проб молока применяют ленточный прибор, где в качестве фильтрующего материала употребляется фланель, предварительно разрезанная на ленты шириной в 42 см и длиной около метра.

Ленту фланели наматывают на ролик, помещенный в нижней части прибора, откуда затем подают ее на столик прибора. Фланель плотно прижимается к стеклян-

ному сосуду, на конец которого надета специальная резиновая насадка. Фильтрацию молока производят на площади кружка, зажатого между стеклянным сосудом и металлической сеткой прибора.

Молоко в количестве 250 мл вливают в стеклянный сосуд прибора, откуда оно самотеком проходит через фланель. Профильтрованное молоко резиновым шлангом отводится в приемный сосуд. После окончания фильтрации молока участок фланели, через который проходила фильтрация данной пробы, нажатием рычага передвигается и вместо него под прибор подводят чистую фланель, через которую фильтруют новую пробу, и т. д.

В зависимости от степени загрязненности фильтрата молоко разделяют на четыре класса:

К классу I относят молоко отличной чистоты, не оставляющее на ватном фильтре следов грязи (меньше 3 мг грязи на 1 л);

к классу II — молоко нормальной чистоты, дающее едва заметный осадок (от 4 до 6 мг на 1 л);

к классу III — грязное молоко, оставляющее на фильтре точки грязи, цвет фильтра грязно-сероватый (от 7 до 10 мг на 1 л);

к классу IV — очень грязное молоко, дающее на фильтре темное пятно грязи — остатки навоза, соломы, кровь, гной, насекомые и пр. (от 11 мг и выше на 1 л).

Такое разделение молока по остатку, остающемуся на ватном фильтре, производят сравнением со стандартными образцами фильтров, которые более точно устанавливают степень загрязненности по классам.

Метод
механическ
Для это
цилиндр и ос
грязевых ч

17. УСТ

10 мл и
ного молок
бавляют по
могут окра
0,5 N раст
Затем проб
водяной ба
сят по 0,5
воды. Про
при темпер
ным молок
или больше
новременн
до дольше
Метод
борной кис

Прибав
реакции мо
молока. П
Однако не
цию молок
Если мо
нием микр
факт при
лы молока
В прак
изменение

а)
В проб
ку наклон
спиртового
ку 2 — 3 р
шения жид
2 мин. опр

б) Метод отстаивания

Методом отстаивания определяют лишь ориентировочную степень механического загрязнения молока.

Для этого молоко (около 300 мл) наливают в стеклянный цилиндр и оставляют на 0,5 час., после чего наблюдают отстаивание грязевых частиц.

17. УСТАНОВЛЕНИЕ НАЛИЧИЯ КОНСЕРВИРУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

10 мл исследуемого молока и столько же чистого стерилизованного молока наливают в две широкие пробирки. В эти пробирки прибавляют по 2 мл слабо щелочной тинктуры лакмуса; обе пробирки могут окраситься не в одинаковый тон; тогда, прибавляя по каплям 0,5 N раствор КОН, доводят окраску молока в них до одного тона. Затем пробирки закрывают ватными пробками и держат 10 мин. в водяной бане, нагретой до 80°. После охлаждения в пробирки вносят по 0,5 мл смеси, состоящей из 0,5 мл кислого молока и 100 мл воды. Пробирки закрывают ватными пробками и оставляют стоять при температуре 20—22°, пока контрольная проба (со стерилизованным молоком) не обесцветится, что обычно бывает через 24 часа или больше. Неконсервированное молоко обесцвечивается почти одновременно с контрольной пробой, консервированное остается гораздо дольше синим.

Метод позволяет открыть в молоке 0,003% формалина, 0,005% борной кислоты и 0,05% салициловой кислоты.

18. ОТКРЫТИЕ СОДЫ

Прибавление щелочных карбонатов устанавливают изменением реакции молока и повышением содержания углекислых солей в золе молока. По лакмусу молоко с содой показывает щелочную реакцию. Однако небольшое количество соды незначительно изменяет реакцию молока, и открыть ее этим путем не всегда удастся.

Если молоко после прибавления соды постояло и в нем под влиянием микроорганизмов начала вновь повышаться кислотность, то факт прибавления соды можно установить только исследованием золь молока.

В практике для доказательства прибавления соды пользуются изменением окраски некоторых индикаторов.

а) Реакция с бромтимолблау — метод Косолапова

В пробирку наливают 5 мл исследуемого молока и, держа пробирку наклонно, осторожно наслаивают по стенкам 5 капель 0,04%-ного спиртового раствора бромтимолблау. Осторожно наклоняют пробирку 2—3 раза для лучшего соприкосновения жидкости (избегая смешения жидкостей). После этого пробирку ставят вертикально и через 2 мин. определяют результат по характеру окраски кольцевого слоя

индикатора, придерживаясь следующей схемы (окраску рассматривают, став спиной к окну):

молоко без соды — желтая окраска кольцевого слоя,			
примесь 0,03% соды — желтовато-зеленая окраска кольцевого слоя,			
„ 0,05% „ — светло-зеленая	„	„	„
„ 0,07—0,08% соды — зеленая	„	„	„
„ 0,1% соды — зеленая	„	„	„
„ 0,2% „ — темнозеленая	„	„	„
„ 0,3% „ — сине-зеленая	„	„	„

б) Реакция с розоловой кислотой

К 3—5 мл исследуемого молока прибавляют равное количество 96°-ного спирта и несколько капель 1%-ного спиртового раствора розоловой кислоты. Чистое молоко окрашивается в коричнево-желтый цвет, с содой — в розово-красный. Рекомендуется одновременно ставить контрольную пробу с заведомо чистым молоком.

Можно отдельно спирт в молоко не прибавлять, а приготовить более слабый спиртовой раствор розоловой кислоты (0,2 г в 100 мл 96°-ного спирта) и смешать равные объемы молока и раствора розоловой кислоты.

в) Проба на кипячение

Проба состоит в том, что молоко, содержащее щелочные консервирующие вещества, соду, известь, буру, при 1—2-часовом кипячении становится коричневым.

г) Определение соды титрованием водной вытяжки золы молока

Количество соды определяют титрованием водной вытяжки золы молока 0,1 N раствором кислоты с индикатором фенолфталеином.

Для этого молоко озоляют обычным способом, золу растворяют в воде, отфильтровывают, фильтрат титруют 0,1 N раствором кислоты.

1 мл 0,1 N раствора кислоты соответствует 0,0106 г Na_2CO_3 . Из полученного количества соды, вычисленного в процентах по отношению к молоку, вычитают 0,025% — количество нормального содержания углекислых солей в молоке.

19. ОТКРЫТИЕ БОРНОЙ КИСЛОТЫ И БУРЫ

а) Качественная проба

Около 5 мл молока смешивают с 3—4 каплями концентрированной соляной кислоты, сыворотку отфильтровывают и ею смачивают чувствительную куркумовую бумажку (реактив 66). Бумажку высушивают на часовом стекле на водяной бане или осторожно над огнем.

Присутствие борной кислоты или буры скажется окрашиванием в вишневый цвет куркумовой бумажки. Молоко без буры или борной кислоты не изменяет цвета куркумовой бумажки, — она остается желтой.

б) Количественное определение

Отвешивают или отмеривают около 50 мл молока и к нему прибавляют половинное по объему количество 0,5%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Затем молоко подщелачивают щелочью до появления розового окрашивания, кипятят 5 мин., подкисляют до обесцвечивания 0,1 N раствором кислоты и вновь доводят 0,1 N раствором щелочи до появления розовой окраски. После охлаждения прибавляют приблизительно $\frac{1}{3}$ часть глицерина и титруют 0,1 N раствором щелочи до слабозеленой окраски. Количество 0,1 N раствора щелочи, пошедшей на последнее титрование, умножают на 0,0062 и получают количество борной кислоты во взятой навеске молока; отсюда определяют процентное содержание борной кислоты в молоке.

Сущность метода. Свободная борная кислота не может быть непосредственно оттитрована щелочью, но если к раствору прибавить достаточное количество глицерина, то образуется глицериноборная кислота, которую и титруют щелочью.

20. ОТКРЫТИЕ ФОРМАЛИНА

а) Реакция с азотной и серной кислотами

К 5 мл исследуемого молока в пробирке приливают осторожно по стенкам около 2 мл смеси концентрированной серной кислоты с азотной (реактив 67) так, чтобы молоко и кислотная смесь не смешивались, а наслаивались одна на другую.

Присутствие формалина обнаруживается появлением на месте соприкосновения кислот с молоком кольца от фиолетового до темно-синего цвета, в то время как молоко без формалина дает слабое желтовато-бурое кольцо.

Фиолетовое кольцо появляется тотчас же или спустя 1—2 мин., и лишь при наличии очень малых количеств формалина (меньше 0,00001%) — спустя 0,5 — 1 час.

б) Реакция с хлорным железом

К 2 мл молока в пробирке прибавляют 0,5 мл соляно-кислого раствора хлорного железа (реактив 68) и нагревают в течение 1 мин. в кипящей бане. Молоко свертывается, и присутствие формалина вызывает появление фиолетового окрашивания.

Чувствительность 1 : 40 000.

в) Реакция с хлорным железом и серной кислотой

1 мл молока смешивают в пробирке с 9 мл воды и 2 каплями 5%-ного раствора хлорного железа. В эту же пробирку, держа ее

наклонно, очень осторожно по стенкам приливают концентрированную серную кислоту в количестве около 1 мл, после чего пробирку оставляют в покое. Присутствие формалина обнаружится появлением через некоторое время (до 1 мин.) фиолетового кольца на месте соприкосновения молока с серной кислотой. При осторожном взбалтывании окраска распространяется на всю нижнюю часть. Чувствительность реакции — 1 часть формалина на 15 000 частей молока.

Меньшую концентрацию формалина можно открыть, перегнав часть молока и исследуя дестиллят.

21. ОТКРЫТИЕ САЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

К 50 мл исследуемого молока и 50 мл воды, нагретой до 60°, прибавляют 4—5 капель уксусной кислоты и 4 капли раствора азотнокислой закиси ртути, все взбалтывают и фильтруют. Около 50 мл фильтрата взбалтывают в делительной воронке с 25 мл серного эфира, который растворяет салициловую кислоту. После отстаивания эфирный слой фильтруют через сухой фильтр в фарфоровую чашку; серный эфир отгоняют на водяной бане, а салициловая кислота остается в чашке в виде кристаллов белого цвета. Последние растворяют в 1—2 мл 96°-ного спирта и прибавляют 2—3 капли 1 %-ного водного раствора хлорного железа. При наличии салициловой кислоты появляется фиолетовое окрашивание.

22. ОТКРЫТИЕ ДВУХРОМОВОКАЛИЕВОЙ СОЛИ

а) Реакция с азотнокислым серебром

К 2—3 мл молока в пробирке прибавляют равный объем 2 %-ного раствора азотнокислого серебра. В присутствии двуххромокалиевой соли получается желтое или красновато-желтое окрашивание.

б) Реакция с анилином

К 5 мл исследуемого молока прибавляют в пробирке 2 мл водного раствора анилина и осторожно, по стенкам, так, чтобы жидкости не смешивались, приливают 2 мл химически чистой H_2SO_4 плотностью 1,81—1,82. В месте соприкосновения молока с кислотой через 0,5—2 мин. появляется отчетливая голубая зона с фиолетовой подзоной. 0,1—0,05 г $K_2Cr_2O_7$ (или $Na_2Cr_2O_7$) в литре молока дает зеленую, постепенно переходящую в голубую, зону; 0,025—0,01 г показывает ясную розово-фиолетовую зону через 5—8 мин.

Нитраты, формалин и перекись водорода реакции не вредят.

23. ОТКРЫТИЕ ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА

Перекись водорода в молоке через некоторый промежуток времени разлагается на кислород и воду, и если она была прибавлена в небольшом количестве, то тогда не может быть открыта. Поэтому

реакции на перекись водорода дают положительный результат только при недавнем внесении ее в молоко или прибавлении такого количества ее, которое еще полностью не разложилось.

а) Качественный метод

Берут 2 мл исследуемого молока и смешивают с 5 каплями раствора ванадиевой кислоты в разведенной серной кислоте (реактив 69).

В присутствии перекиси водорода получается красная окраска. Этот способ дает возможность открыть 0,01% перекиси водорода в молоке.

К 1 мл молока добавляют 1 каплю серной кислоты (1 : 1) и 0,2 мл иодкалиевого крахмала. Смесь слегка взбалтывают. Моментальное посинение показывает на содержание перекиси водорода свыше 0,01%. Если через 10 мин. молоко не приобретает синей окраски, то практически перекись водорода отсутствует.

Иодкалиевый крахмал готовится путем растворения 3 г КJ в 100 мл нагретого до кипения 3%-ного водного раствора растворимого крахмала. Раствор сохраняется не долго. Предварительно надо раствор проверить с молоком заведомо не консервированным, — не должна появляться окраска в течение 15—20 мин.

б) Количественный метод

К 25 мл молока прибавляют 0,5 мл разбавленной серной кислоты (1 : 3). Свернувшийся казеин отфильтровывают, из фильтрата отмеривают пипеткой 5 мл сыворотки и переносят в колбу с притертой стеклянной пробкой. Затем в колбу прибавляют 10 мл 10%-ного раствора иодистого калия и 0,5 мл разбавленной серной кислоты (1 : 3).

Жидкость в колбе взбалтывают и оставляют на 2 часа в темноте. По прошествии этого времени, выделившийся в колбе иод титруют 0,1 N раствором серноватистокислого натрия, пользуясь в качестве индикатора крахмальным клейстером (1%-ный раствор).

1 мл 0,1 N раствора серноватистокислого натрия соответствует 0,0017 г перекиси водорода. Таким образом, зная количество 0,1 N раствора серноватистокислого натрия, которое пошло на титрование иода, определяют количество перекиси водорода в 5 мл молока, а отсюда вычисляют в процентах, умножая полученный результат на 20 и 0,97.

24. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗОИННОЙ КИСЛОТЫ

К 250 мл молока прибавляют известковой или баритовой воды до слабощелочной реакции; смесь выпаривают приблизительно до $\frac{1}{4}$ объема; остаток смешивают с небольшим количеством гипса в порошке и выпаривают досуха. Сухую порошкообразную массу смачивают 10%-ным раствором серной кислоты и обрабатывают (3—4 раза) 5—10 мл 50%-ного спирта, сливая вытяжки в фарфоро-

вую чашку. Полученный кислый спиртовой раствор нейтрализуют баритовой водой и выпаривают до небольшого объема. Затем остаток вторично подкисляют разведенной серной кислотой и выливают в делительную воронку, в которую прибавляют серный эфир. После взбалтывания эфира с жидкостью эфирный слой отделяют, выливают в фарфоровую чашку и эфир отгоняют; остается бензойная кислота; часть ее растворяют в воде и после прибавления капли 5%-ного раствора уксуснокислого натрия и нейтрального раствора 1%-ного хлорного железа получают красноватый осадок бензойнокислого железа.

Другую часть бензойного остатка растворяют в небольшом количестве абсолютного спирта, прибавляют крепкой соляной кислоты и нагревают смесь до кипения; выделяются приятно-пахнущие пары бензойного эфира.

25. ОТКРЫТИЕ КРАХМАЛА ИЛИ МУКИ

а) Качественная реакция с иодом

В пробирку наливают около 5 мл исследуемого молока, прибавляют 3 мл спиртового раствора иода и хорошо взбалтывают. При этом крахмал или мука окрашиваются в синий цвет и быстро оседают на дно пробирки.

Иногда пользуются микроскопическим исследованием, для чего на предметное стекло наносят каплю исследуемого молока, покрывают покровным стеклом и пускают под него каплю спиртового иода. Крахмальные зерна окрашиваются в темносиний цвет.

б) Количественное определение крахмала

50 мл молока выпаривают на водяной бане в фарфоровой чашке. Сухой остаток переносят в колбу емкостью 400 мл с притертой пробкой и прибавляют туда 150 мл спиртового раствора едкого калия (реактив 70), смывая сухой остаток частью этого раствора. После этого колбу нагревают на водяной бане 0,5 часа, до растворения белков молока. Крахмал остается нерастворенным. Теплую смесь разбавляют 100 мл 50%-ного спирта и после охлаждения фильтруют. Остаток на фильтре промывают сперва 30 мл нагретого до 50° спиртового раствора едкого калия, затем 90%-ным холодным спиртом до тех пор, пока стекающий раствор при прибавлении нескольких капель 10%-ного раствора соляной кислоты не будет мутиться. Остаток с фильтра переносят в мерную колбу на 110 мл, прибавляют 50 мл водного 1,0 N раствора едкого калия и нагревают 1/2 часа на водяной бане до растворения крахмала. После охлаждения раствор подкисляют концентрированной уксусной кислотой, дополняют водой до метки в 110 мл и фильтруют. В 100 мл фильтрата выделяют крахмал прибавлением 150 мл абсолютного спирта. Через 12 час. собирают осадок на взвешенный фильтр, промывают 70%-ным спиртом, пока капли фильтрата при высуши-

вании их на стекле не будут давать сухого остатка. Наконец, осадок промывают абсолютным спиртом, серным эфиром и высушивают при температуре вначале 40, потом 100°. Высушенный до постоянного веса остаток взвешивают, умножают на 2 и 0,97 и получают содержание крахмала в 100 г молока.

26. ОТКРЫТИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

30 или 45 мл молока, нагретого на водяной бане до 85—90°, смешивают с равным объемом приготовленной смеси раствора уксуснокислого свинца и аммиака (реактив 71). Молоко со смесью сильно взбалтывают 0,5 мин. и фильтруют. 3 мл прозрачного бесцветного фильтрата смешивают с равным объемом дифениламинового реактива (реактив 72) и выдерживают до 10 мин в кипящей бане. В присутствии сахарозы уже после 1—2 мин. появляется голубое окрашивание, делающееся интенсивным после 5 мин. При выдерживании в бане дольше 10 мин. слабое голубое окрашивание может появиться от присутствия следов молочного сахара.

Для контроля можно часть фильтрата нагреть в кипящей бане с равным объемом фелинговой жидкости (реактив 15). Если при отчетливой дифениламиновой реакции восстановления фелинговой жидкости не происходит, сахароза доказана.

Метод показывает 0,1—1% сахарозы, при очень точной работе— даже 0,02%.

27. ОТКРЫТИЕ АЗОТНОКИСЛЫХ СОЛЕЙ

(Нитратная проба)

а) Реакция с формалином

5 мл молока смешивают в пробирке с 2 каплями 10%-ного раствора формалина. В другую пробирку берут около 3 мл химически чистой серной кислоты плотностью 1,815 и на нее осторожно наливают приготовленную смесь молока с формалином. Можно для этой реакции брать разбавленную серную кислоту (350 мл концентрированной кислоты и 150 мл воды) и также разбавленный формалин (250 мл H_2O и 10 капель продажного формалина).

В месте соприкосновения серной кислоты и молока в присутствии солей азотной кислоты выступает фиолетовое кольцо; при 0,5 мг азотной кислоты в 1 л молока кольцо выступает через 5—7 минут.

б) Реакция с дифениламином

К 20 мл молока прибавляют около 0,3—0,5 мл 20%-ного раствора хлористого кальция. Смесь кипятят до выпадения белков и фильтруют. К 2—3 мл фильтрата в пробирке прибавляют несколько капель 2%-ного раствора дифениламина в химически чистой крепкой серной кислоте (плотностью 1,82—1,83) до появления молочной мути. Во вторую пробирку наливают 2 мл химически чистой концентрированной серной кислоты и приливают к ней осто-

рожно по стенкам пробирки равный объем полученной молочно-белой жидкости.

В присутствии нитратов или нитритов на месте соприкосновения обеих жидкостей образуется синее кольцо. Если осторожно смешать обе жидкости, то весь раствор окрашивается в синий цвет.

Для производства этой реакции необходимо иметь химически чистую серную кислоту, так как не чистая кислота часто содержит следы азотной кислоты. Поэтому предварительная проверка серной кислоты на отсутствие азотной является необходимой.

Серную кислоту проверяют с заведомо натуральным молоком по описанному выше методу.

28. ОТКРЫТИЕ КРАСЯЩИХ ВЕЩЕСТВ

100—200 мл молока подкисляют 10%-ным раствором уксусной кислоты до выпадения белков и нагревают до 80°. Сгусток, содержащий, кроме белковых веществ, жир и красящее вещество, отделяют от сыворотки выжиманием через ткань и настаивают дважды водой для удаления молочного сахара. Воду отжимают и, не высушивая осадка, несколько раз кипятят его в колбе с обратным холодильником с небольшим количеством спирта, сливая время от времени спиртовой раствор и заменяя его новым количеством спирта, до тех пор, пока последний не перестанет окрашиваться. Соединенные спиртовые вытяжки выпаривают на водяной бане до 10—20 мл, а остаток, если это требуется, смешивают с равным объемом спирта и охлаждают в ледяном шкафу.

После 12-часового стояния спиртовой раствор, в присутствии искусственных красящих веществ несколько окрашенный, выливают в маленький стеклянный цилиндр и опускают в него полоску фильтровальной бумаги. Жидкость, благодаря капиллярности бумажки, медленно поднимается по ней до края цилиндра и там испаряется.

При этом чистое молоко, смотря по естественной окраске, дает в верхней части бумажки полосы, окрашенные от слабожелтого до буроватого цвета.

При прибавлении к молоку красящих веществ показываются характерные широкие полосы окрашивания (например орлеан—розово-красновато-оранжевое окрашивание).

Бумажку освобождают от жира промыванием ее в петролейном эфире, причем красящее вещество не извлекается из волокон бумаги.

Этим способом, однако, открываются не все красящие вещества, и в сомнительных случаях приходится применять сложные методы исследования, которые здесь не даются.

29. МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МОЛОКА

Микроскопическое исследование молока может дать в гигиеническом отношении весьма ценные данные как ориентировочный материал и для разъяснения вопроса, является ли порок молока

следствием болезни вымени или это процесс, зависящий от развития микроорганизмов. При микроскопическом исследовании обращают внимание на следующее: а) жировые шарики, б) эпителиальные ядра, в) колостральные тела, г) красные кровяные тела, д) клеточки тканей, з) кристаллические и амфорные образования, и) свойство плазмы, к) микроорганизмы и л) грязевые частички.

а) **Жировые шарики.** Преобладание маленьких и мельчайших жировых шариков указывает на стародойное молоко или какое-либо заболевание коровы. Точно так же жировые шарики диаметром от 10 до 20 μ и большей величины — неблагоприятный признак в гигиеническом отношении, так как они обычно сопровождают период колострума, а также некоторые пороки молока.

Важным признаком является форма жировых шариков: при нормальных условиях она круглая; деформация формы шариков указывает на ненормальные процессы — порок молока. Мороженое молоко имеет морщинистые жировые шарики. Слипшиеся жировые шарики находятся в переходном периоде от колострума к нормальному молоку.

б) **Эпителиальные клетки** в нормальном молоке здоровых животных встречаются в ничтожном количестве, значительное число их указывает на заболевание коровы.

в) **Лейкоциты.** Большое число лейкоцитов указывает на заболевание вымени. После того, как было найдено, что между числом лейкоцитов и маститных стрептококков существует почти пропорциональная зависимость, а последние являются причиной опасных желудочных заболеваний грудных детей, на исследование молока на лейкоциты обращено особое внимание.

Точное определение количества лейкоцитов ведется методом центрифугирования в специальных пробирках, причем если объем выделившихся лейкоцитов превышает 0,001 часть молока, то такое молоко следует считать подозрительным. Это определение нужно сопровождать микроскопическим исследованием осадка, чтобы разобраться в действительном количестве лейкоцитов и оторванных эпителиальных клеток, которые при центрифугировании выделяются вместе с лейкоцитами.

г) **Красные кровяные тела** обнаруживаются легко в осадке молока и обуславливают видимую красноватую окраску молока, попадают в молоко при каком-либо поражении вымени и при некоторых болезненных состояниях его.

д) **Клеточные ядра.** Какое значение имеет наблюдаемое иногда нахождение их в большом количестве в молоке, еще не выяснено.

е) **Колостральные клетки.** Значительное присутствие их указывает на нарушение в лактации, на воспаление вымени, на продолжительный запуск в дойке или на примесь колострума. Следует устанавливать действительное наличие колостральных клеток,

не смешивая их с эпителиальными клетками, нагруженными жиром.

ж) Частицы тканей. Присутствие их в большом количестве в молоке указывает на неправильности молокоотделения в молочной железе.

з) Кристаллические и амфорные образования находятся в молоке коров, больных лихорадкой; во всяком случае присутствие кристаллических тел есть неблагоприятный признак при оценке молока.

и) Свойства молочной плазмы. У нормального здорового молока плазма должна быть прозрачной; во многих пробах молока она представляется, однако, мутноватой или с едва заметными по очертанию телами. Эти тела — зернышки казеина. При увеличении кислотности молока эти зернышки увеличиваются и дают видимые простым глазом хлопья. Мутная сыворотка говорит за порочное молоко.

к) Микроорганизмы. Микроскопическое исследование осадка молока, пропущенного через ватный фильтр, может дать иногда ценные указания, особенно вместе с пробами на брожение, каталазу, редуктазу.

Бактериологическое исследование молока не входит в рамки настоящего руководства.

л) Грязевые частички. Нахождение их в молоке указывает на негигиенические условия дойки, а распознавание рода их может дать данные для заключения, откуда и как они попали.

30. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА

а) Качественная проба

Около 20 г молока помещают в коническую колбу емкостью 300 мл, заливают 100 мл разведенной серной кислоты (1 : 5), не содержащей мышьяка, и нагревают на кипящей водяной бане в течение 2 часов.

Полученную жидкость отфильтровывают через бумажный фильтр и в фильтрате определяют мышьяк аппаратом, представляющим склянку емкостью 50—70 мл с двумя узкими вставленными в нее одна над другой трубочками. В склянку наливают 5 мл концентрированной (не содержащей мышьяка) серной кислоты плотностью 1,84, 2—3 капли 1%-ного раствора медного купороса; туда же помещают кусочек свободного от мышьяка цинка (0,5—1 г) и 10 мл испытуемого раствора.

В нижнюю трубочку вкладывают тампон из ваты и несколько полосок фильтровальной бумаги, смоченных 5%-ным раствором уксуснокислого свинца, в верхнюю трубочку помещают сухую полоску бумаги, пропитанную предварительно 5%-ным раствором хлорной ртути (сулемы) и высушенную на воздухе (реактив 73).

В течение
тения) суле
Для за
пропитанной
фической б

Сушн
ливается водо

При дейст
ла в желтый,
Возможно, чт

при дальнейш

или As (HgCl

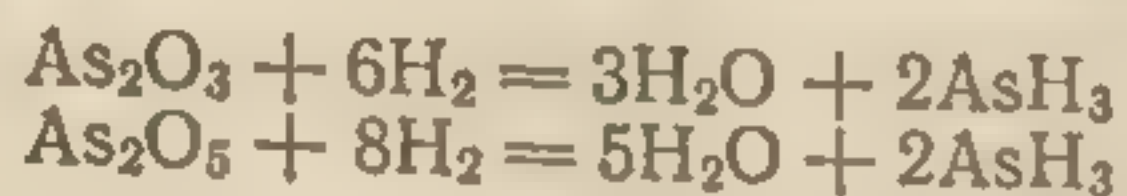
100 г м
тельно рас
с 50 мл Н
Когда тем
товой соли
ства этой
желтым ил

Обычно
соли; вмес
дистиллир
0,5 г берто
ную таким
в кониче
промываю
двумя час
почти сов
раствор п
дорода в
ют на 12
его перев
ряют при
его капля
Фильт
совершен
жидкость
каплям п
ляной кис
магнезия

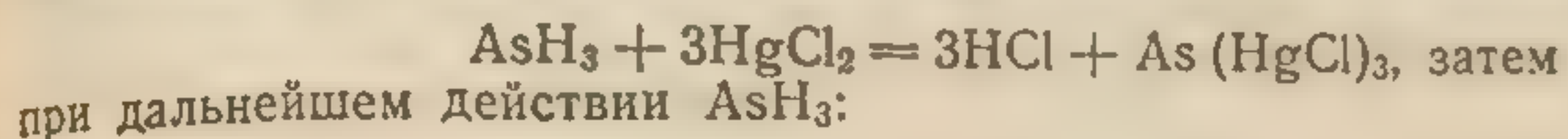
В течение 15 мин. не должно быть никакого изменения (пожелтения) сулемовой бумаги в темном месте.

Для защиты от действия света верхняя трубочка (с бумажкой, пропитанной сулемой) покрывается колпачком из черной фотографической бумаги или пробиркой, покрытой черной краской.

Сущность метода. Соединения мышьяка в кислом растворе восстанавливаются водородом в момент выделения до мышьяковистого водорода:



При действии AsH_3 на бумагу, пропитанную HgCl_2 , она окрашивается сначала в желтый, потом в бурый цвет. Состав этого соединения точно неизвестен. Возможно, что реакция идет таким образом:



б) Количественное определение

100 г молока или 50 г молочных продуктов, предварительно тщательно растертых с 50 мл воды в фарфоровой чашке, смешивают с 50 мл HCl плотностью 1,1 и ставят на кипящую водяную баню. Когда температура смеси достигнет $90-95^\circ$, вносят 0,5 г бертолетовой соли, а затем каждые 5 мин. прибавляют маленькие количества этой же соли до тех пор, пока содержимое делается светло-желтым или буро-желтым, однообразным.

Обыкновенно этого достигают после прибавления около 2 г соли; вместо испаряющейся воды время от времени прибавляют дистиллированную воду. Достигнув указанного, прибавляют еще 0,5 г бертолетовой соли и снимают чашку с водяной бани. Окисленную таким образом жидкость разбавляют 50 мл воды и фильтруют в коническую колбу вместимостью около 400 мл. Фильтр промывают водой, фильтрат разбавляют еще приблизительно двумя частями воды и нагревают на водяной бане до тех пор, пока почти совершенно исчезнет запах хлора. После охлаждения через раствор пропускают медленную струю чистого промытого сероводорода в течение не менее часа. Затем колбу с раствором оставляют на 12 час. при комнатной температуре. Если образуется осадок, его переводят на фильтр, промывают водой и на фильтре же растворяют приблизительно 15 мл 10%-ного раствора аммиака, приливая его каплями, собирая фильтрат в коническую колбу.

Фильтрат ставят на кипящую водяную баню, пока он не станет совершенно прозрачным, после чего кипятят 10 мин. Оставшуюся жидкость разбавляют водой до объема около 150 мл, прибавляют по каплям при постоянном помешивании 5 мл концентрированной соляной кислоты, 2 капли 2%-ного раствора фенолфталеина и 10 мл магниальной смеси (реактив 74). Затем приливают из бюретки при

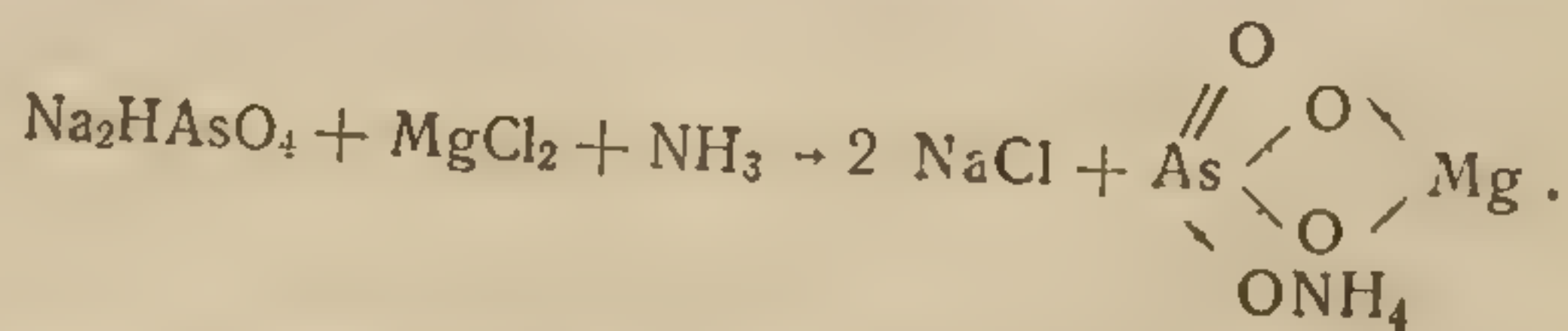
постоянном перемешивании 25%-ный аммиак до слегка щелочной реакции, после чего прибавляют в количестве $\frac{1}{3}$ объема всей жидкости концентрированного аммиака. Жидкость оставляют стоять 12 час, осадок собирают на бумажный фильтр, промывают водой с аммиаком и обрабатывают на фильтрате каплями азотной кислоты до полного растворения осадка, собирая раствор в предварительно взвешенный фарфоровый тигель.

Тигель с раствором ставят на кипящую водяную баню до высыхания, после чего нагревают в муфельной печи или на горелке до светлокрасного каления, охлаждают и взвешивают в виде $Mg_2As_2O_7$, откуда определяют процентное содержание мышьяка в форме мышьяковистой кислоты умножением полученного веса на 0,6373, если навеска была 100 г. При навеске в 50 г результат множат еще на 2. Коэффициент 0,6373 получается из отношения:

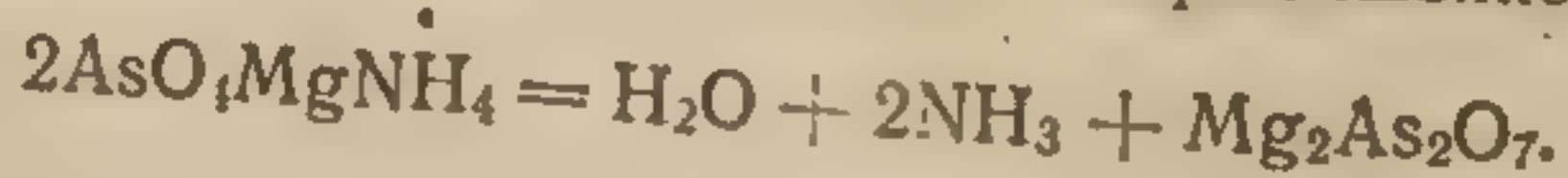
$$\frac{As_2O_3}{Mg_2As_2O_7}.$$

При определении мышьяка все растворы, употребляемые при реакциях, должны быть совершенно свободны от следов мышьяка. Поэтому, прежде чем начать опыт, необходимо провести (с точным соблюдением всех указанных условий) исследование продукта, заведомо не содержащего мышьяка. Если благодаря нечистоте реактивов получится некоторое количество мышьяковистой кислоты, то его необходимо вычесть из результата исследования опытного продукта.

Сущность метода. Соединения мышьяка окисляются бертолетовой солью до мышьяковой кислоты, с которой хлористый магний в присутствии хлористого аммония и аммиака дает белый кристаллический осадок мышьяковокислой аммонийно-магниевой соли:



Этот осадок при прокаливании переходит в пиромышьяковокислый магний.



31. ОТКРЫТИЕ ПРИМЕСИ ДРУГОГО РОДА МОЛОКА

Анафилактический метод

Этот метод применяется там, где нужно в смеси молока обнаружить определенный род его. Например, можно определить, содержит ли женское молоко примесь коровьего. Для этого несколько морским свинкам весом около 300 г впрыскивают каждой по 1 мл коровьего молока в брюшную полость. При этом одной рукой оператор держит затылок животного, а другой — задние конечности.

сти, так, чтобы голова животного была направлена книзу. Затем, захватив в области мочевого пузыря брюшную складку, впрыскивают молоко шприцем на глубину около 0,5 см. Держать животное указанным образом рекомендуется потому, что при этом кишки опускаются на диафрагму и при впрыскивании в значительной мере устраняется опасность их повреждения.

Через 3—4 недели животному впрыскивают подлежащее исследованию молоко, но только внутрь вены.

Для этого на шее распластанного на доске животного, в области яремной вены, производят небольшой (длиной в 1—2 см) продольный разрез. Кожу разъединяют двумя зажимами, которые своей тяжестью оттягивают ее в стороны. Далее двумя маленькими пинцетами, тупым концом их, освобождают яремную вену, которая становится заметной после оттягивания кожи. Посредством иглы с шелковой ниткой проникают под вену, прогнывают шелковую нитку и оставляют сосуд лежать на игле. Если сосуд недостаточно наполнен кровью, то на него нажимают пальцем.

Затем вкладывают шприц в вену, по направлению к сердцу, и впрыскивают молоко. Немедленно после удаления шприца поднимают иглу так, что сосуд сдавливается и кровь не вытекает. Затем перевязывают приготовленной шелковой ниткой ранку, удаляют иглу, а разрез на коже закрывается после удаления зажимов посредством двух-трех мишелевских скобок.

Если впрыснутое в вену молоко содержало коровье молоко, то животное заболевает и умирает через несколько минут, если же впрыснутое молоко не содержало коровьего молока, животное остается здоровым. Можно в брюшную полость свинки ввести какое-нибудь другое молоко (козье, овчье и т. д.), и тогда такие свинки при впрыскивании исследуемого молока в вену будут реагировать на то молоко, которое им было введено в брюшную полость.

32. ОТКРЫТИЕ КОЗЬЕГО МОЛОКА

Перед началом испытания исследуемое молоко сепарируют. Берут 20 мл обезжиренного молока, нагревают до 50° и наливают в узкий цилиндр, поддерживая эту температуру во все время опыта.

К молоку прибавляют 2 мл 25% -ного раствора аммиака и хорошо смешивают. После часового стояния опять взбалтывают. Оставляют пробу на 2—3 часа, после чего наблюдают, образовался ли осадок белков или нет. Образование осадка указывает на присутствие козьего молока. Прибавление приблизительно 20% козьего молока к коровьему дает осадок, занимающий около 0,1 количества жидкости: при увеличении количества козьего молока осадок занимает больший объем.

Если брать молоко несепарированным, то белки собираются не на дне, а под отстоявшимся слоем сливок.

33. ОТКРЫТИЕ ЖЕНСКОГО МОЛОКА

Женское молоко, смешанное с 25%-ным раствором аммиака, при комнатной температуре постепенно принимает красно-фиолетовую окраску, которая становится довольно интенсивней. Коровье молоко с аммиаком красно-фиолетовой окраски не дает.

Интенсивность окраски женского молока прямо пропорциональна количеству аммиака: при 0,1 мл аммиака на 5 мл молока окраска розовая, при равных объемах — интенсивно фиолетовая.

Подогревание молока ускоряет появление окраски. При температуре 60° реакция протекает наиболее отчетливо. При кипячении получается буровато-фиолетовая окраска.

34. ОТКРЫТИЕ ФАЛЬСИФИКАЦИИ МОЛОКА

Состав молока не является чем-либо константным, и содержание отдельных составных частей его колеблется в ту или иную сторону, в зависимости от целого ряда факторов. Особенно это относится к молоку отдельных коров, где минимум и максимум могут сильно отклоняться от средних величин. Поэтому при контрольных анализах всегда необходимо это помнить и не делать заключение, довольствуясь одним или двумя определениями.

При контрольном исследовании молока начинают с определения плотности, процента жира, сухого остатка и обезжиренного сухого остатка. Эти определения обычно дают определенные указания, сообразно с которыми и ведут дальнейшие исследования, если только в случае несомненной натуральности пробы молока анализ не прекращается.

Все случаи фальсификации молока можно свести к пяти типам:

- а) разбавление молока водой,
- б) обезжиривание или разбавление цельного молока обратом,
- в) одновременное обезжиривание и разбавление водой,
- г) прибавление в молоко сыворотки, пахты или комбинации их,
- д) прибавление посторонних веществ (обычно сопутствующее той или иной фальсификации молока).

а) Разбавление молока водой

Прибавление воды в молоко сказывается одновременным понижением количества всех составных частей молока и изменением физических свойств его.

Изменение плотности. Разбавление молока водой понижает плотность пропорционально количеству прибавленной воды; каждые 10% воды уменьшают градусы молочного ареометра приблизительно на 2,9.

Таким образом, если считать за среднюю величину плотности нормального молока в градусах ареометра 29,0, то:

молоко + 10% воды дает плотность 26,1,
молоко + 30% воды дает плотность 20,3 и т. д.

Можно вычислить процент прибавленной воды к молоку простой формулой:

$$x = \frac{(d_1 - d_2) \cdot 100}{d_1},$$

где: d_1 — плотность в градусах ареометра нормального молока,
 d_2 — плотность в градусах ареометра исследуемого молока.

Изменение содержания жира. Содержание жира в разбавленном водой молоке понижается.

Зная жирность разбавленного водой молока и нормального, можно вычислить в процентах количество прибавленной воды по формуле:

$$x = \frac{(Ж_1 - Ж_2) \cdot 100}{Ж_1},$$

где: x — процент прибавленной воды

$Ж_1$ — количество жира в нормальном молоке,

$Ж_2$ — количество жира исследуемого молока.

Если принять средний процент жира в нормальном молоке за 3,5, то можно найти процентное количество прибавленной воды к молоку простым расчетом:

$$100 - \frac{Ж \cdot 100}{3,5},$$

где: $Ж$ — процент жира в исследуемом молоке.

Изменение процентного содержания сухого остатка. Зная плотность и процент жира разбавленного молока, высчитывают по формулам сухой остаток молока, а вычитая из этой величины процент жира, получают количество сухого обезжиренного остатка.

Прибавленное количество воды в молоке может быть тогда определено по формуле:

$$100 - \frac{a \cdot 100}{8,0},$$

где: a — процент обезжиренного сухого остатка.

В нормальном молоке процент обезжиренного сухого остатка в среднем не бывает ниже 8,0.

Хорошие результаты определения количества прибавленной воды к молоку дает следующая формула:

$$100 - \frac{d + Ж}{33,5} \cdot 100,$$

где: d — градусы ареометра разбавленного молока,

$Ж$ — процент жира разбавленного молока,

33,5 — сумма средней величины процента жира и градусов ареометра нормального молока.

Изменение в содержании молочного сахара. При исследовании молока на разбавление водой хорошие результаты может дать определение процента молочного сахара, так как количество его в нормальном молоке относительно более или менее постоянно: 4,60—4,70%.

Зная процентное содержание молочного сахара, количество прибавленной воды к молоку можно вычислить по формуле:

$$100 - \frac{c}{4,6} \cdot 100,$$

где c —процент молочного сахара в разбавленном молоке.

Изменение коэффициента преломления сыворотки. Влияние разбавления молока водой сказывается следующим образом на изменении коэффициента преломления сыворотки в погружательном рефрактометре (табл. 28).

Таблица 28

Изменение показаний рефрактометра при разбавлении молока водою

Степень разбавления молока	Показания рефрактометра	Разница
Если натуральное молоко имеет	39,0	—
То же молоко + 5% воды	37,7	1,3
" " " + 10% "	36,7	2,3
" " " + 15% "	35,7	3,3
" " " + 20% "	34,8	4,2
" " " + 25% "	34,0	5,0
" " " + 30% "	33,3	5,7
" " " + 35% "	32,6	6,4
" " " + 40% "	32,0	7,0
" " " + 45% "	31,0	7,6
" " " + 50% "	30,9	8,1

У натурального сборного молока коэффициент преломления сыворотки обычно не опускается ниже 37,5.

Изменение электропроводности. Удельная электропроводность нормального молока колеблется обычно в пределах от $40 \cdot 10^{-4}$ до $46 \cdot 10^{-4}$; в среднем она дает величину $43,9 \cdot 10^{-4}$.

Разбавление молока водой уменьшает удельную электропроводность почти пропорционально количеству прибавленной воды.

При прибавлении:

5% воды	электропроводность уменьшается на	$1,5 \cdot 10^{-4}$
10% "	"	$3,0 \cdot 10^{-4}$
20% "	"	$6,5 \cdot 10^{-4}$
25% "	"	$8,0 \cdot 10^{-4}$
50% "	"	$13,0 \cdot 10^{-4}$

Присутствие консервирующих растворимых веществ повышает удельную электропроводность.

Изменение точки замерзания. Точка замерзания нормального молока довольно константна: от $-0,55$ до $-0,57^{\circ}$.

Разбавление молока водой вызывает повышение точки замерзания. Для приблизительного вычисления процента прибавленной воды можно пользоваться табл. 29.

Таблица 29
Изменение температуры замерзания при прибавлении воды в молоко

Точка замерзания	Процент воды	Точка замерзания	Процент воды	Точка замерзания	Процент воды
$-0,53$	3,63	$-0,47$	14,54	$-0,41$	25,45
$-0,52$	5,45	$-0,46$	16,36	$-0,40$	27,27
$-0,51$	7,27	$-0,45$	18,18	$-0,39$	29,09
$-0,50$	9,09	$-0,44$	20,00	$-0,38$	30,90
$-0,49$	10,90	$-0,43$	21,84	$-0,37$	32,72
$-0,48$	12,72	$-0,42$	23,63	$-0,36$	34,54

Метод криоскопии является весьма точным для открытия фальсификации молока водой. Единственное практическое неудобство — сравнительная трудность методики. Этим методом можно доказать прибавление воды в количестве 10%, чего другими способами сделать не всегда удается.

Дополнительными определениями при исследовании молока на разбавление его водой может служить открытие в молоке солей азотной кислоты (нитратная проба).

Нормальное молоко совершенно не содержит нитратов (солей азотной кислоты), между тем как большая часть прудовых, речных и колодезных вод содержит в той или иной степени азотнокислые соли. Следовательно, раз данные химического анализа дают основание подозревать прибавление в молоко воды, то нахождение нитратов в молоке является лучшим подтверждением этого предположения.

При исследовании молока на фальсификацию водой желательно производить испытание на присутствие азотнокислых солей, имея в виду, что положительный результат реакции подтверждает вероятность прибавления воды, отрицательный же еще ничего не говорит (некоторые воды не имеют азотнокислых солей).

б) Поднятие жира или разбавление обезжиренным молоком

Поднятие молока или разбавление его обезжиренным молоком сказывается небольшим увеличением плотности, понижением содержания жира в молоке и в сухом остатке. Содержание обезжиренного сухого остатка, молочного сахара, белков и золы остается почти без изменения, немного увеличиваясь.

Изменение процентного содержания обезжиренного сухого остатка. Наиболее характерным для такого фальсифицированного молока является количество обезжиренного сухого остатка и процентное содержание жира в сухом остатке.

Нормальное молоко содержит в сухом остатке в среднем 30% жира; разбавление молока обезжиренным молоком или подсытие значительно уменьшают эту величину.

Плотность подсытого молока колеблется от 1,030 до 1,035.

Изменение содержания жира. По проценту жира в подсытом молоке можно приблизительно определить, сколько жира удалено и сколько процентов прибавлено обезжиренного молока, пользуясь формулой

$$100 - \frac{Ж_2}{Ж_1} \cdot 100,$$

где: $Ж_1$ — процент жира в нормальном молоке,
 $Ж_2$ — процент жира в подсытом молоке.

Если принять средний процент жира нормального молока в 3,5, тогда формула примет вид:

$$100 - \frac{Ж_2}{3,5} \cdot 100.$$

Изменение плотности сухого остатка. Для подсытого молока показательна плотность сухого остатка.

Плотность сухого остатка нормального молока колеблется в пределах 1,30—1,36, причем она находится в определенном отношении к количеству жира в сухом остатке. При самой высокой плотности сухого остатка в нормальном молоке процент жира не падает обычно ниже 23. Для фальсифицированного молока плотность сухого остатка будет значительно ниже цифр, приведенных в табл. 30.

Таблица 30

Изменение плотности сухого остатка молока в зависимости от процентного содержания жира

Процент жира в сухом остатке в нормальном молоке	Плотность сухого остатка
23,9—25,0	1,36
25,1—26,2	1,35
26,3—27,4	1,34
27,5—28,6	1,33
28,7—29,8	1,32
29,9—31,0	1,31
31,1—32,2	1,30

При определении подсыхания жира в молоке или разбавлении молока водой целесообразно делать определение молочного сахара и белков; количество их не уменьшается против цифр, характеризующих нормальное молоко, в первом случае и уменьшается во втором.

в) Одновременное подсыхание жира и разбавление водой

Такая комбинированная фальсификация дает сильное понижение содержания жира в молоке. Плотность может оставаться приблизительно в нормальных пределах (при значительном разбавлении водой она покажет низкое значение). Содержание обезжиренного сухого остатка понижено, точно так же понижено и процентное отношение жира в сухом веществе. Плотность сухих веществ повышается. Количество молочного сахара, золы, белков понижается. Могут быть обнаружены и нитраты в случае присутствия их в воде, служащей для фальсификации.

Сообразно с этим изменением химических и физических свойств молока при открытии комбинированной фальсификации производятся следующие определения: содержания жира (в %), плотности, содержания сухих веществ, количества обезжиренного сухого остатка, процентное отношение жира в сухом веществе, количество молочного сахара, нитратная проба, количество белков.

Конечно, при всяком исследовании нет надобности производить все определения, иногда двух-трех достаточно для выяснения полной картины, и лишь в случае неясности необходимо продолжать исследование дальше. Основываясь на среднем составе молока, можно по формуле найти количество прибавленной воды и процент обезжиривания:

$$\text{процент прибавленной воды} = \frac{C}{C_1} \cdot V_1 - V;$$

$$\text{процент снятого жира (или процент прибавленного обезжиренного молока)} = 100 \cdot \left(1 - \frac{Ж_1 \cdot C}{Ж \cdot C_1} \right);$$

где: C — процент содержания сухого обезжиренного остатка нормального молока,

C_1 — процент содержания сухого обезжиренного остатка фальсифицированного молока,

V — процент воды в нормальном молоке,

V_1 — процент воды в фальсифицированном молоке,

$Ж$ — процент жира в нормальном молоке,

$Ж_1$ — процент жира в фальсифицированном молоке.

Изменение свойств и состава молока при прибавлении фальсифицирующих веществ в количестве от 10 до 90%

Составные части и свойства молока	Молоко натуральное (средние величины)	Молоко и вода	Молоко и обезж. молоко	Молоко и пахта	Молоко и сыворотка	Молоко, вода и обезж. молоко	Молоко, вода и пахта	Молоко, вода и сыворотка	Молоко, обрат и пахта	Молоко, обезж. молоко и сыворотка	Молоко, пахта и сыворотка
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Плотность . . .	1,0310	1,0279— 1,0031	1,0315— 1,0355	1,0313— 1,0337	1,0307— 1,0283	1,0319 1,0067	1,0303 1,0065	1,0276 1,0059	1,0318 1,0353	1,0291 1,0347	1,0289 1,0331
Процент жира	3,50	3,15— 0,35	3,16— 0,44	3,19— 0,71	3,20— 0,80	2,84— 0,36	2,84— 0,39	2,85— 0,40	2,85— 0,47	2,86— 0,48	2,89— 0,72
Процент молочного сахара	4,60	4,14— 0,46	4,62— 4,78	4,62 4,78	2,63— 4,87	4,30— 0,94	4,30 0,94	4,38— 0,95	4,64— 4,78	4,65— 4,86	4,65— 4,86
Процент белка	3,40	3,06— 0,34	3,42— 3,53	3,37— 3,13	3,16— 1,24	3,18— 0,69	3,03— 0,65	2,82— 0,44	3,49— 3,17	3,28— 1,49	3,13 1,45
Процент сухого вещества . .	12,70	11,43— 1,27	12,36— 9,64	12,35— 9,55	12,15— 7,75	11,09— 2,20	11,08— 2,19	10,88— 1,99	12,01— 9,56	11,81— 9,43	11,80— 7,95
Процент обезжиренного сухого остатка	9,20	8,28— 0,92	9,20	2,16— 8,84	8,95— 6,95	8,28— 1,84	8,24— 1,80	8,03— 1,59	9,16— 8,88	8,95— 7,20	8,91— 7,16
Процент жира в сухом остатке	27,60	27,6	25,6— 4,6	25,8— 7,4	26,3— 10,3	25,3— 4,9	25,3— 7,7	26,2— 10,6	25,7— 4,7	24,2— 5,1	24,5— 7,7
Электропроводность . .	46,10	пониж.	не изменяется		понижается		—		не изменяется		—
Точка заморозания	—0,55°	повыш. до нуля	не изменяется	почти не изменяется		повышается		—		почти не изменяется	

Принят 8,5% жира
и молока 3,5%
процент жира
содержание
не изменяет
не молочного
ного молока
нения.

Постро
сифициров
нормально
Открыт
анализа м
дования и
Изменен
сификации

Иссле
которые
Неко
та проце

где: С
Ж
П

Приняв количество сухого обезжиренного остатка в нормальном молоке за 8,0%, содержание воды в нормальном молоке 88,0% и жира 3,5%, сведем формулы к следующему виду:

$$\text{процент прибавленной воды} = \frac{8,0}{C_1} \cdot B_1 - 88,0,$$

$$\begin{aligned} \text{процент прибавленного обезжиренного молока (или процент снятого жира)} &= \\ &= 100 \cdot \left(1 - \frac{8,0 - Ж_1}{3,5 - C_1}\right). \end{aligned}$$

г) Прибавление пахты, сыворотки

Прибавление в молоко пахты, сыворотки вызовет уменьшение процента жира, небольшое уменьшение сухого остатка; процентное содержание жира в сухом остатке падает; плотность молока почти не изменяется. Характерным отличием является небольшое увеличение молочного сахара и уменьшение белков против величин нормального молока. Коэффициент преломления сыворотки остается без изменения.

д) Прибавление посторонних веществ

Посторонние вещества обычно прибавляются к молоку, уже фальсифицированному тем или иным способом, для придания ему более нормального вида и вкуса.

Открытие всех таких веществ возможно только после полного анализа молока, сопоставления всех цифр и дополнительного исследования на примеси.

Изменение составных частей молока при различного рода фальсификациях можно наблюдать из табл. 31.

35. МОЛОКО ОВЦЫ

Исследование молока овцы производится теми же методами, которые применяются для анализа коровьего молока.

Некоторое изменение приходится вносить в формулы для расчета процентного содержания сухого остатка молока.

а) Формула Климовского:

$$C = 1,24 \cdot Ж + 280,94 \frac{П - 1}{П},$$

где: С — процентное содержание сухого остатка молока,
Ж — содержание жира по бутирометру,
П — плотность молока при 20°/4°

б) Упрощенная формула Климовского:

$$C = 1,2 \cdot Ж + 0,26 \cdot A,$$

где: С — процентное содержание сухого остатка молока,
Ж — содержание жира по бутирометру,
А — плотность молока в градусах ареометра.

36. МОЛОКО ШОКОЛАДНОЕ И МОЛОКО С КОФЕ

Определение жира: а) Бутирометрически — производят как в цельном молоке (стр. 14). При образовании пробок, мешающих отсчету жира, определение производят весовым методом.

б) Определение по весовому методу производится аналогично таковому же в молоке (стр. 22).

Определение кислотности. В коническую колбу отмеривают 10 мл шоколадного молока или молока с кофе, прибавляют 40 мл дистиллированной воды, 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи до розоватого окрашивания, не исчезающего в течение 2 мин.

Темный цвет молока мешает улавливанию момента появления розоватой окраски; поэтому при титровании рядом с титруемой жидкостью ставят контрольную пробу того же молока в количестве 10 мл, разбавленного 40 мл воды. Контрольная проба не титруется, а служит для сравнения с нею окраски титруемой пробы.

Количество миллилитров 0,1 N щелочи, пошедшей на титрование умножают на 10, полученное число дает кислотность в градусах.

Более точные результаты получаются при электрометрическом титровании (стр. 205).

Определение сухого остатка. Определение сухого остатка производится, как в молоке, методом высушивания при 102—105°.

При отбо
паратора и
шим отверсти
кающей ст
пробы обезж
пробы после
ской трубко
повторяется
сылается д
руется раст

Как иск
в середине
считать сре

Взятие
производят
пробы для

Для то
весовым м
же целей
и т. д. — б

По суш
личается с
определен
позволяю
личество ж
сравнител
лях верхня

ОБЕЗЖИРЕННОЕ МОЛОКО

1. ОТБОР ПРОБЫ

При отборе пробы в процессе сепарирования между рожком сепаратора и приемным резервуаром подставляется лоток с небольшим отверстием, в которое стекает пропорциональная часть протекающей струи обезжиренного молока. При составлении средней пробы обезжиренного молока за сутки (вечер и утро) из отобранной пробы после вечернего сепарирования отмеривается цилиндрической трубкой пропорциональная часть в бутылку. Эта же операция повторяется и при утреннем сепарировании молока. Если проба пересылается для анализа в заводскую лабораторию, то она консервируется раствором хромпика или формалина (стр. 7).

Как исключение, допускается отбор пробы обезжиренного молока в середине процесса сепарирования, когда жирность пробы можно считать средней.

Взятие пробы обезжиренного молока из фляг, ушатов, баков производят так же, как взятие проб молока, равно как и подготовку пробы для анализа (стр. 13).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА

Для точных лабораторных работ определение жира производится весовым методом, как в цельном молоке (стр. 14), для практических же целей — проверки работы сепаратора, вычисления выходов масла и т. д. — бутирометрическим методом.

По существу, определение жира в обезжиренном молоке не отличается от определения жира в молоке; разница лишь в том, что определение производят в специальных бутирометрах со шкалой, позволяющей делать отсчет с большой точностью, так как малое количество жира в обезжиренном молоке не может быть отсчитано при сравнительно грубых делениях молочных бутирометров. В этих целях верхняя часть внутреннего канала шейки бутирометра вытянута

з трубку очень узкого диаметра с делениями на десятые или сотые доли процента.

У бутирометров для обезжиренного молока (рис. 73) каждое мелкое деление соответствует 0,1% жира, у прецизионных и в бутирометрах двойного объема (рис. 74) — 0,02%.

Бутирометры двойного объема отличаются от других своей величиной, объем их вдвое больше; поэтому и всех жидкостей необходимо брать двойное количество: серной кислоты 20 мл, молока 22 мл и изоамилового спирта 2 мл. Прецизионные бутирометры более точные, чем остальные: в них можно отсчитывать сотые доли процента.

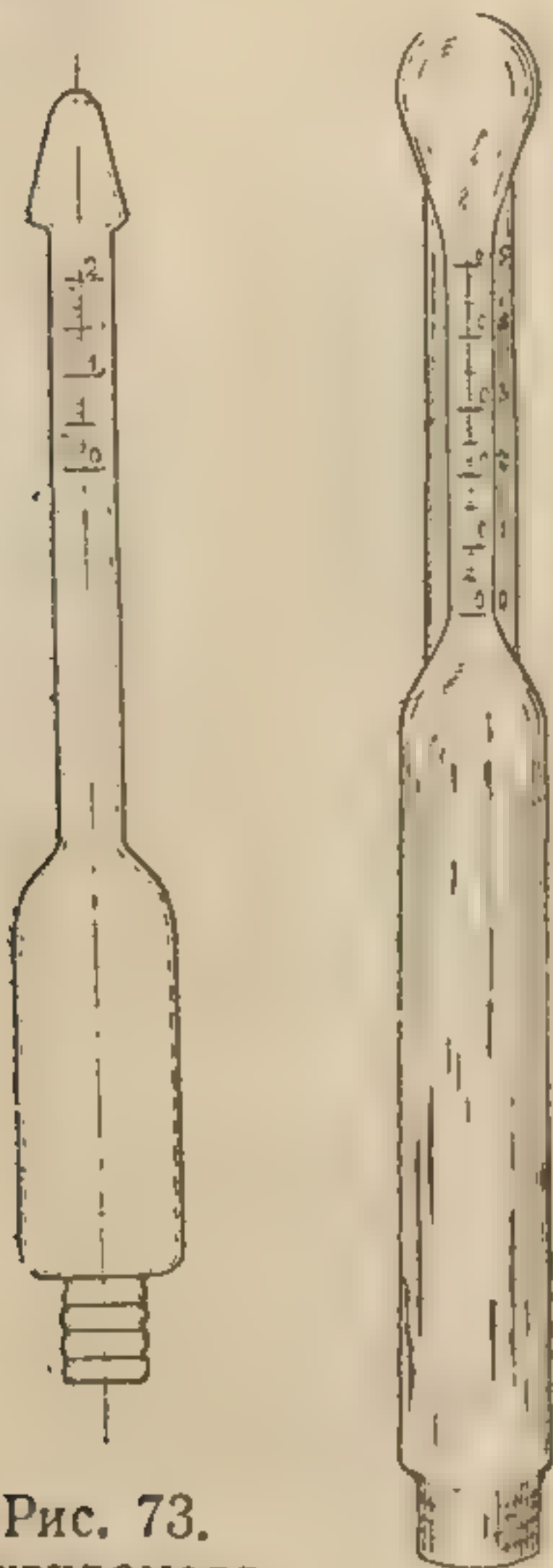


Рис. 73.
Бутирометр
для обезжи-
ренного мо-
лока и
пахты

Рис. 74.
Бутирометр
двойного
объема

Второе отличие в методике определения вызывается малой величиной остающихся жировых шариков в обезжиренном молоке, благодаря чему производят трехкратное центрифугирование бутирометров. По кислотному методу жир определяют следующим образом.

В специальные бутирометры наливают, как обычно, 10 мл серной кислоты плотностью 1,82—1,825, 11 мл обезжиренного молока, 1 мл изоамилового спирта и закрывают резиновыми пробками. После встряхивания до полного растворения белков бутирометры ставят на 3—4 мин. в водяную баню при температуре 60—65°, центрифугируют 5 мин., переносят на 3—4 мин. в ту же водяную баню, встряхивают бутирометры несколько раз, затем вновь центрифугируют, опять ставят в баню и в третий раз центрифугируют. Наконец, в последний раз, подогрев бутирометры в водяной бане, производят отсчет. Центрифугирование во всех случаях продолжают 5 мин., а водяную баню нагревают до 60—65° и держат в ней бутирометры 4—5 мин.

Для отсчета столбик жира поднимают в узкую часть трубки бутирометра и, держа против света на уровне глаза, производят отсчет. При отсчете принимают за верхнюю границу слоя жира не самую нижнюю точку мениска (мениск в этих бутирометрах сильно вогнут), как при цельном молоке, а половину мениска.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

Определение плотности в обезжиренном молоке производится, как в молоке, но поправочная таблица для приведения показания плотности к 20° применяется другая (табл. 32).

Таблица 32

Приведение показателей молочного ареометра к температуре 20° для обезжиренного молока

Градусы арео- метра	Температура														Градусы ареометра
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
	Показания ареометра, приведенные к 20°														
22	20,8	21,0	21,0	21,2	21,4	21,5	21,7	21,8	22,0	22,2	22,3	22,5	22,6	22,8	22
23	21,9	22,0	22,1	22,2	22,4	22,5	22,7	22,8	23,0	23,2	23,3	23,5	23,6	23,8	23
24	22,9	23,0	23,1	23,2	23,4	23,5	23,7	23,8	24,0	24,2	24,3	24,5	24,6	24,8	24
25	23,8	24,0	24,1	24,2	24,4	24,5	24,7	24,8	25,0	25,2	25,3	25,5	25,6	25,8	25
26	24,7	24,9	25,0	25,2	25,4	25,5	25,7	25,8	26,0	26,2	26,3	26,5	26,6	26,8	26
27	25,6	25,8	25,9	26,1	26,3	26,5	26,6	26,8	27,0	27,2	27,4	27,6	27,7	27,9	27
28	26,6	26,8	26,9	27,1	27,3	27,5	27,6	27,8	28,0	28,2	28,4	28,6	28,7	28,9	28
29	27,6	27,8	27,9	28,1	28,3	28,5	28,6	28,8	29,0	29,2	29,4	29,6	29,7	29,9	29
30	28,6	28,8	28,9	29,1	29,3	29,5	29,6	29,8	30,0	30,2	30,4	30,6	30,7	30,9	30
31	29,6	29,8	29,9	30,1	30,3	30,5	30,6	30,8	31,0	31,2	31,4	31,6	31,7	31,9	31
32	30,5	30,6	30,8	31,0	31,2	31,4	31,6	31,8	32,0	32,2	32,4	32,6	32,8	33,0	32
33	31,5	31,6	31,8	32,0	32,2	32,4	32,6	32,8	33,0	33,2	33,4	33,6	33,8	34,0	33
34	32,5	32,6	32,8	33,0	33,2	33,4	33,6	33,8	34,0	34,2	34,4	34,6	34,8	35,0	34
35	33,5	33,6	33,8	34,0	34,2	34,4	34,6	34,8	35,0	35,2	35,4	35,6	35,8	36,0	35
36	34,4	34,6	34,8	35,0	35,2	35,4	35,6	35,8	36,0	36,2	36,4	36,6	36,8	37,0	36
37	35,3	35,5	35,7	35,9	36,1	36,4	36,6	36,8	37,0	37,2	37,5	37,7	37,9	38,1	37
38	36,2	36,4	36,6	36,8	37,0	37,0	37,5	37,8	38,0	38,2	38,5	38,7	38,9	39,2	38
39	37,2	37,4	37,6	37,8	38,0	38,3	38,5	38,8	39,0	39,3	39,5	39,7	40,0	40,2	39
40	38,2	38,4	38,6	38,8	39,0	39,3	39,5	39,8	40,0	40,3	40,5	40,7	41,0	41,2	40

Кроме того, плотность может быть вычислена по формуле:

$$\rho_0 = \frac{100 \rho - \omega}{0,933},$$

где: ρ_0 — плотность обезжиренного молока,
 ρ — плотность молока,
 ω — процентное содержание жира,
0,933 — средняя плотность молочного жира.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ И ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Определение других составных частей и физических свойств в обезжиренном молоке производится аналогично таковым в молоке.

ПАХТА

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ И ПОДГОТОВКА ДЛЯ АНАЛИЗА

Пробу пахты отбирают в момент выпуска ее через кран маслоизготовителя или маслобойки. Если пахта собирается в ванну или чан, проба отбирается после перемешивания из этих резервуаров цилиндрической трубкой-пробником, аналогичной для взятия проб молока.

Проба пахты фильтруется через ватный фильтр, чтобы отделить случайно попавшие зернышки масла.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА

Определение ведется или в обычных молочных бутирометрах или специальных бутирометрах с круглой шкалой для обезжиренного молока с подразделениями в верхней части шкалы на 0,1% (см. рис. 73).

Определение ведется так же, как и при определении жира в обезжиренном молоке, с применением трехкратного центрифугирования (стр. 186). Отсчет жира производится по средней части мениска.

В случае разбавления пахты водой, при охлаждении масляных зерен, учитывается степень разбавления, на которое производится пересчет показаний бутирометра.

Пример. Сбивается 750 кг сливок; при охлаждении добавлено к слизкам воды 10%, или 75 л (кг). Выработано масла 240 кг. Процент жира разбавленной пахты 0,4%. Требуется узнать процент жира в неразбавленной пахте.

- 1) Определяется вес неразбавленной пахты

$$750 - 240 = 510 \text{ кг.}$$

- 2) Определяется вес разбавленной пахты

$$510 + 75 = 585 \text{ кг.}$$

- 3) Вычисляется фактор разведения :

$$\frac{585}{510} = 1,146 \text{ или округленно } 1,15$$

- 4) Содержание жира в неразбавленной пахте будет

$$0,4 \times 1,15 = 0,46\%.$$

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ И ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Определение других составных частей и физических свойств пахты ведется методами, принятыми для молока.

СЫВОРОТКА

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

Проба сыворотки для исследования берется из сырной ванны или сосуда, в который она налита. Проба берется металлической трубкой после тщательного перемешивания сыворотки. Перед исследованием сыворотку профильтровывают через ватный фильтр, который задерживает все взвешенные белковые частицы.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА

Определение жира в сыворотке до сепарирования ведется в молочных бутирометрах или в бутирометрах для обезжиренного молока (см. рис. 73). Серная кислота применяется с плотностью 1,78—1,79. Центрифугирование однократное. В остальном никаких отклонений от определения жира в цельном молоке нет.

Определение жира в сепарированной сыворотке ведется в бутирометрах для обезжиренного молока (стр. 186) с серной кислотой плотностью 1,78—1,79; применяется трехкратное центрифугирование.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХОГО ОСТАТКА

а) Весовой метод

Весовым методом определение производится, как в молоке (стр. 86).

б) Ускоренный метод Попова

Определение производят на специальных весах для определения воды (рис. 84) или техно-химических весах.

В алюминиевую чашку (для определения воды в масле) помещают 5 г парафина. На крючок левого коромысла (весов) вешают три рейтера: два больших и один маленький. На правую чашку весов помещают алюминиевую чашку с парафином и уравнивают ее гирьками. Затем отвешивают в нее 10 г сыворотки и, сняв с весов, нагревают, держа чашку специальными щипцами, на пламени спиртовой грелки или на электроплитке до испарения воды. После этого охлажденную чашку помещают на весы. Для уравнивания ве-

сов поступают следующим образом: снимают с левой чашки гирию в 5 г, один из больших рейтеров перемещают с крючка левого коромысла на крючок правого, другой большой рейтер и маленький рейтер передвигают вправо по делениям коромысла до равновесия весов.

Процент воды в сыворотке высчитывается следующим образом: 5 г, снятые с левой чашки весов, составляют 50% от навески сыворотки в 10 г.

Большой рейтер, имеющий вес 1,2 г, перевешенный на правый крючок коромысла, составляет $1,2 \cdot 2 = 2,4$ г (или 24%) от навески сыворотки. Сумма $50 + 24 = 74$ дает постоянное значение при определении процентного содержания воды в сыворотке.

К этому постоянному значению прибавляют показания другого большого и малого рейтера. Деление, на котором находится большой рейтер, дает целые проценты, а малый рейтер — десятые доли процента.

Таким образом, если второй большой рейтер висит на делении 18, а малый на делении 8, показание рейтеров соответствует 18,8%, процент воды в сыворотке будет $74 + 18,8 = 92,8$.

в) Расчет по формулам Попова:

1) $C = 1,17 Ж + 2,375 \frac{100 \cdot П - 100}{11} + 0,48$ для кислотной сыворотки.

2) Упрощенная формула: $C = \frac{6 \cdot Ж + А}{5} + 1,33$ то же.

3) $C = 1,18 Ж + 2,43 \frac{100 \cdot П - 100}{П} + 0,48$ для сычужной сыворотки.

4) Упрощенная формула: $C = \frac{6 \cdot Ж + А}{5} + 1,48$ то же.

где: С — процентное содержание сухого остатка,

Ж — процентное содержание жира в сыворотке,

П — плотность сыворотки при 20°/4°,

А — градусы ареометра.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ

Другие составные части сыворотки и физические свойства определяются так же, как в молоке.

ЖЕЛЕ

II. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

Из разных мест партии желе отбирают три-четыре формы, из которых металлическим или роговым шпателем вырезают примерно $\frac{1}{8}$ часть. Общий вес отобранной пробы должен быть не меньше 30 г. Вырезанные части переносят в фарфоровую ступку, тщательно растирают пестиком до получения однородной массы. Растертая масса складывается в стаканчик с притертой пробкой и сохраняется до анализа.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) В сливочном желе

Из подготовленной для анализа массы отвешивают на техно-химических весах 5 г в химический стакан (с стеклянной палочкой) емкостью 50 мл. После этого в мерный цилиндр отмеривают 15 мл серной кислоты плотностью 1,50 (реактив 2); около 10 мл ее выливают на отвешенное в стакан желе. Перемешиванием стеклянной палочкой желе растворяют в серной кислоте; если растворение идет медленно, содержимое стакана подогревают до температуры не выше 65° . Жидкость выливают в весовой сливочный бутирометр, стакан и палочку 2 раза промывают оставшейся отмеренной серной кислотой, выливая ее в тот же бутирометр. Затем в бутирометр прибавляют 1 мл изоамилового спирта, закрывают бутирометр пробкой и ставят на 5 мин. в водяную баню при температуре 65° .

По прошествии этого времени бутирометры центрифугируют 5 мин., ставят еще раз на 5 мин. в водяную баню при 65° и отсчитывают процент жира.

б) В молочном желе

Определение ведется так же, как в сливочном желе, с той разницей, что отмеривают в цилиндр для растворения 5 г желе не 15, а 16 мл серной кислоты плотностью 1,50 и растворившуюся массу выливают не в сливочный, а в молочный бутирометр.

В дальнейшем определение ведут, как обычно при определении жира в молоке. Процент жира равен $\frac{a \cdot 11}{5}$ или $a \cdot 2,2$, где a — результат отсчета столбика жира в бутирометре.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

Свекловичный сахар определяют так же, как в творожных продуктах (стр. 226). Некоторые изменения вносят только по отношению к фруктово-сывороточному желе, в котором для получения прозрачной сыворотки к раствору 20 г фруктово-сывороточного желе в колбе прибавляют не 10, а 20 мл раствора медного купороса (раствор 1-й жидкости Фелинга) и 8,0 мл 1,0 N раствора NaOH.

В случае получения мутной сыворотки количество раствора медного купороса и едкого натрия (в соответствующих пропорциях) увеличивают.

КИСЕЛЬ МОЛОЧНЫЙ ИЛИ СЫВОРОТОЧНЫЙ

Исследование производится, как в желе.

МОЛОЧНЫЙ КВАС

Взятие пробы. Для анализа берутся бутылки с квасом в оригинальной упаковке. Если квас находится не в бутылках, а в крупной таре, содержимое перемешивается мутовкой или веслом, как молоко, и трубкой берется проба.

Определение жира производят, как в молоке (стр. 14).

Определение кислотности — см. молоко (стр. 91).

Свекловичный сахар определяют, как в творожных продуктах (стр. 226), с тем отличием, что отмеривают 50 мл кваса (вместо 10 г творожной массы) в мерную колбу на 500 мл, так что в конечном итоге при вычислении процентного содержания миллиграммов свекловичного сахара в квасе делят количество миллиграммов полученного свекловичного сахара на 25.

Спирт определяют так же, как в кумысе (стр. 213).

СЛИВКИ

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

При поступлении сливок на завод берут среднюю пробу каждого поставщика так же, как среднюю пробу молока (стр. 11).

При выпуске сливок с завода, при отборе проб на базах или в торговой сети от каждой партии сливок отбирают каждую двадцатую бутылку и из числа отобранных 1—2. При количестве свыше 1000 единиц берут каждую пятидесятую и из числа отобранных 2—3 бутылки.

От каждой партии сливок во флягах отбирают 5% фляг, но не менее одной единицы упаковки. Отобранные фляги вскрывают и из каждой вскрытой фляги берут образец в количестве 50 мл.

Перед взятием проб сливки во флягах, ушатах или ваннах тщательно перемешивают. Уплотнившиеся сливки со стенок тары снимают деревянной лопаткой и присоединяют к общей массе сливок, затем все тщательно размешивают на всю глубину сосуда медленным кругообразным и вертикальным движением мутовки или весла, стараясь избегать образования пены. Сразу после перемешивания отбирают пробу цилиндрической трубкой так же, как молоко, медленным погружением трубки до дна так, чтобы сливки в ней и в сосуде все время находились на одном уровне. При густых сливках и наличии пены наружную поверхность трубки, вынимая из сосуда перед выливанием пробы в бутылку, обтирают полотенцем.

Сливки, благодаря вязкости и легкому отстаиванию жировых шариков, требуют особенной тщательности при подготовке пробы для исследования. При получении сливок сепарированием в них попадает большое количество пузырьков воздуха, которые мешают правильному отмериванию сливок. Поэтому для равномерного распределения в пробе всех составных частей сливок и удаления пузырьков воздуха сливки подогревают до 30—35°. Шпателем или лопаточкой зачищают со стенок сосуда приставший слой сливок. После этого хорошо перемешивают (перевортыванием бутылки или переливанием сливок из одного сосуда в другой). Перед исследова-

нием сливки охлаждают до 20°. Не допускается вдувание в сливки воздуха из пипетки для их перемешивания.

Иногда сливки сбиваются, и на поверхности выделяется масло. Одно подогревание в таком случае не помогает, так как масло ра- стапливается и после взбалтывания поднимается на поверхность, прежде чем успевают набрать пипеткой или отвесить нужное коли- чество сливок; поэтому результаты анализа будут неверны. Для устранения этой ошибки сливки должны быть приведены снова в состояние эмульсии, для чего их смешивают с определенным ко- личеством жидкого клея или раствором декстрина*, нагревают в воде до 40—50° и тщательно взбалтывают, пока жир не разобьется на мелкие шарики. Клей и декстриновый раствор обладают свойст- вом давать с жиром эмульсию, которая с трудом расслаивается. Раствора декстрина или клея берут в количестве $\frac{1}{5}$ от весовой части сливок (50 г сливок и 10 г раствора декстрина). При вычислении ре- зультата анализа принимают во внимание сделанное разбавление сли- вок (в данном случае увеличивают цифровые данные анализа на $\frac{1}{5}$).

Кислые сливки, которые при нагревании свертываются, перево- дят в прежнее жидкое состояние перемешиванием с несколькими каплями концентрированного раствора аммиака. При определении кислотности сливок прибавление аммиака, конечно, недопустимо.

При пересылке проб сливок бутылки необходимо наполнять до самой пробки, во избежание сбивания жира. Если проба сливок пе- ресылается на дальнейшее расстояние, то ее консервируют так, как про- бы молока (двухромовокислыми солями или формалином).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

а) В градусах кислотности

10 мл сливок в стаканчике или конической колбе смешивают с 20 мл воды, прибавляют 3 капли 1 %-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи (NaOH или KOH).

Израсходованное количество щелочи помножают на 10.

б) В процентах молочной кислоты

Кислотность в процентах молочной кислоты находят умножением градусов кислотности на 0,009, что дает количество граммов мо- лочной кислоты в 100 мл сливок. Следовательно, определение кис- лотности в процентах молочной кислоты сводится лишь к опреде- лению кислотности в градусах.

в) В градусах предельной кислотности при сортировке сливок

Первый способ. В ряд пробирок наливают по 10 мл ра- створа едкого натра (вместе с индикатором), приготовленного на испытываемый градус кислотности (реактив 75). Затем в пробирки

* Из декстрина готовится приблизительно 20 %-ый водный ра- створ.

наливают по 5 мл сливок и содержимое пробирок перемешивают перекрыванием их.

Если содержимое пробирок имеет красную или розовую окраску, это значит, что сливки имеют кислотность ниже, а если белую окраску, то они по кислотности выше испытываемого градуса.

Второй способ. В ряд пробирок наливают свежеприготовленный 0,01 N раствор щелочи, из расчета на определение предельного градуса для сливок сорта «экстра», т. е. по 7 мл раствора щелочи, куда прибавляют по 2 капли 1%-ного раствора фенолфталеина. Сюда же отмеривают 5 мл испытуемых сливок. Все смешивают; если при этом произойдет обесцвечивание (кислотность выше 14°), доливают в пробирку из бюретки или градуированной пипетки еще 2 мл щелочи (предел на 18°). Если содержимое пробирки имеет розовую окраску, кислотность сливок ниже 18°, а если белую, то кислотность выше 18°.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) В сливочном (весовом) бутирометре

Отвешивают 5 г сливок в сливочный бутирометр (рис. 75) с точностью до 0,01 г.



Рис. 75.
Сливочный
бутирометр

При отвешивании продукта в сливочный бутирометр пользуются специальными весами, которые имеют приспособление для подвешивания бутирометров на чашках весов (рис. 76).

При отсутствии таких весов навеску

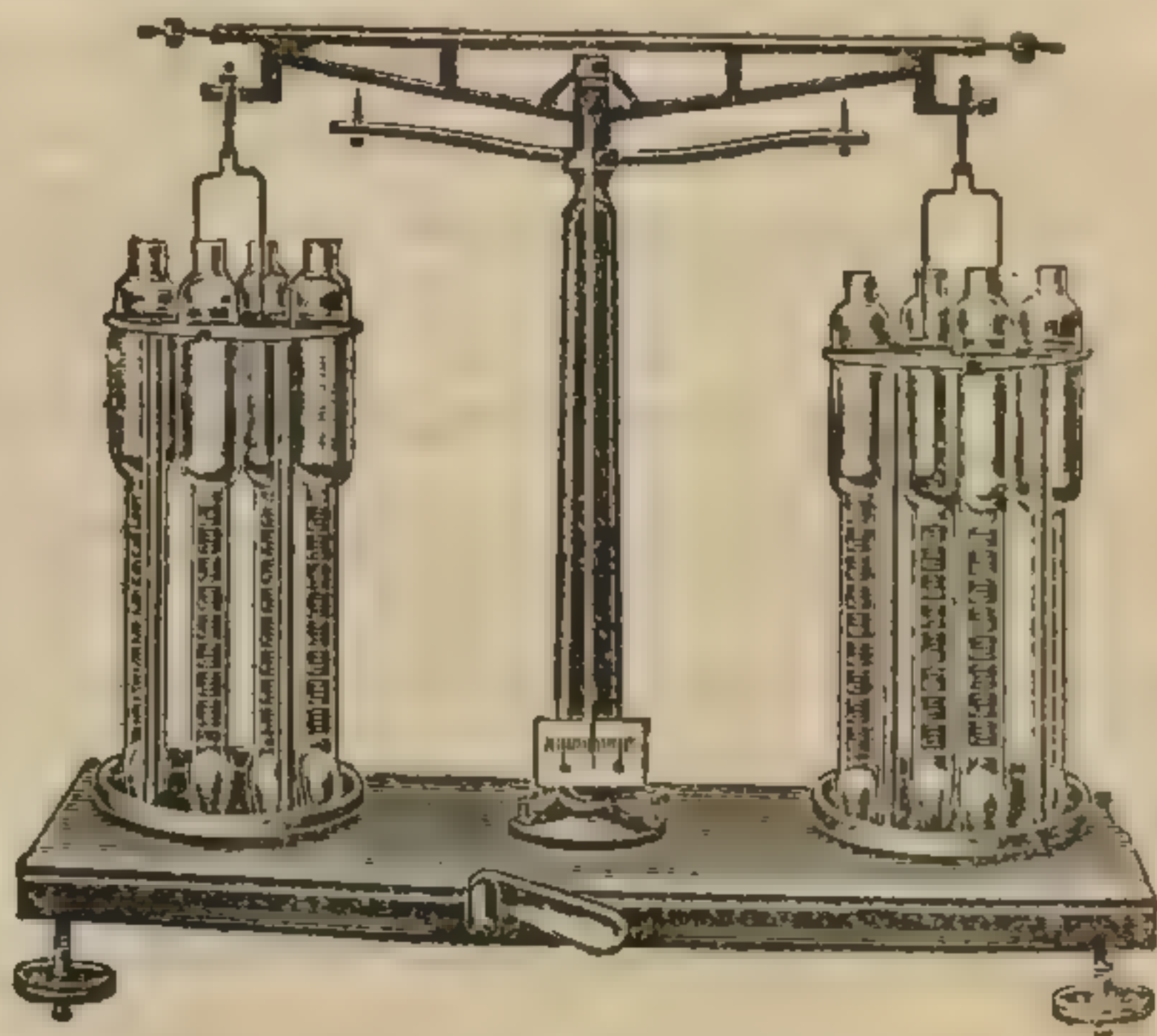


Рис. 76. Специальные весы.

берут на техно-химических весах. В этом случае подвешивают к коромыслу весов с той и другой стороны по бутирометру и их уравнивают. На одну из чашек кладут гирьку в 5 г.

а в бутирометр на другой чашке весов при помощи пипетки вливают сливки до получения равновесия. Затем гирьку снимают и делают навеску в другой бутирометр. После этого бутирометры снимают с весов, приливают 5 мл воды, смывая водой сливки, попавшие при навешивании на внутреннюю часть шейки бутирометра, приливают в бутирометр осторожно 10 мл серной кислоты плотностью 1,78—1,79 и 1 мл изоамилового спирта. Бутирометр закрывают пробкой, перемешивают до полного растворения белков и ставят на 5 мин. в водяную баню при 65°; центрифугируют 5 мин., затем бутирометр снова ставят в водяную баню при 65° на 5 мин. и быстро отсчитывают. При навеске 5 г отсчет на шкале бутирометра показывает сразу процент жира в сливках.

Вместо отмеривания 5 мл воды и 10 мл серной кислоты плотностью 1,78—1,79 можно взять 15 мл серной кислоты плотностью 1,56—1,60, но в последнем случае пользуются баней при температуре 70—80° до полного растворения белков. После центрифугирования бутирометры ставят в баню при 65°.

б) В продуктовом бутирометре

Определение жира в сливках в продуктовом бутирометре со шкалой до 100% (рис. 77) производится совершенно так же, как в сливочном бутирометре, но только 5 г сливок отвешивают не прямо в бутирометр, а в специальный стаканчик. После отвешивания сливок стаканчик на пробке вставляется в широкое отверстие бутирометра, а через узкое отверстие приливают 20 мл H_2SO_4 плотностью 1,60 (реактив 2) и 1 мл изоамилового спирта. Дальнейшее определение ничем не отличается от определения в сливочном бутирометре. Перед центрифугированием обращают внимание, чтобы уровень жидкости в бутирометре не был ниже 50—60 деления шкалы, в противном случае добавляют еще серной кислоты.

б) В молочном бутирометре

При определении процента жира в сливках в молочном бутирометре сливки разбавляют водой по одному из следующих способов.

Первый способ. Отвешивают в химический стакан 10 г сливок и к ним приливают 50 мл дистиллированной воды, сливки тщательно перемешивают с водой, нагревают до 30—35°, вновь перемешивают, после чего, охладив до 20°, берут из них пипеткой 11 мл и переносят в молочный бутирометр, в который предварительно влито 10 мл серной кислоты плотностью 1,78—1,79 (реактив 2).

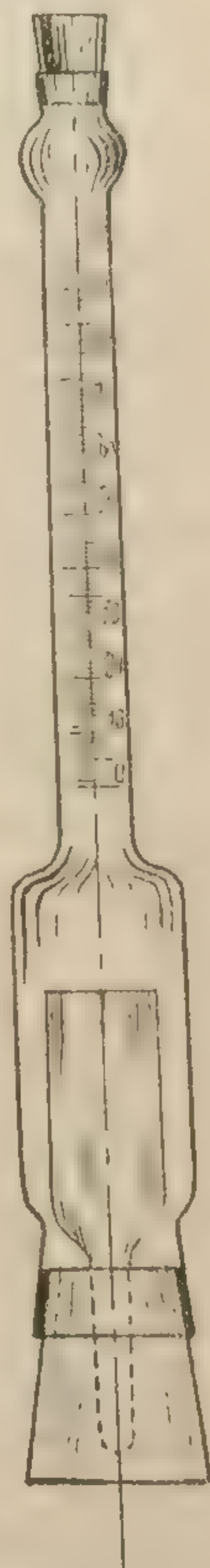


Рис. 77.
Продукто-
вый бути-
рометр

Дальше определение жира, как в молоке (стр. 14). Производят отсчет столбика жира в бутирометре и, умножив найденную цифру на степень разведения сливок, получают процент жира в сливках. Степень разведения устанавливается из соотношения между сливками и водой. Если на 1 часть сливок (10 г) прибавлено 5 частей воды (50 мл), то степень разведения будет 6.

В случае очень жирных сливок разведение следует доводить до 8—10.

Второй способ. Отмеривают пипеткой 10 мл сливок, имеющих температуру 20° ($\pm 3^\circ$), в химический стакан. Другой пипеткой отмеривают 50 мл воды той же температуры и пропускают воду через первую пипетку (после сливок) для смывания остатков сливок со стенок пипетки в стакан со сливками. После вытекания воды делают выдержку 15 сек. для стекания капель. Воду со сливками тщательно перемешивают и из смеси отмеряют 11 мл для определения жира в молочном бутирометре. Дальше определение ведется, как в молоке (стр. 14).

Показание бутирометра переводят на процентное содержание жира в сливках, пользуясь табл. 33—34, составленной Дуденковым.

В сливках с жирностью свыше 40% определение необходимо производить первым способом.

Таблица 33—34

Для перевода показаний молочного бутирометра на процентное содержание жира в сливках при отмеривании сливок для разведения

Показание бутиромет- ра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира
2,5	14,65	2,9	17,04	3,3	19,44	3,7	21,86	4,1	24,29
2,55	14,95	2,95	17,34	3,35	19,75	3,75	22,16	4,15	24,59
2,6	15,23	3,0	17,64	3,4	20,05	3,8	22,47	4,2	24,90
2,65	15,54	3,05	17,94	3,45	20,35	3,85	22,77	4,25	25,20
2,7	15,84	3,1	18,25	3,5	20,65	3,9	23,07	4,3	25,51
2,75	16,14	3,15	18,54	3,55	20,95	3,95	23,38	4,35	25,81
2,8	16,44	3,2	18,84	3,6	21,26	4,0	23,68	4,4	26,12
2,85	16,71	3,25	19,14	3,65	21,56	4,05	23,99	4,45	26,42

Продолж. табл. 33—34

Показания бутиромет- ра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира	Показа- ния бутиро- метра	Процент жира
4,5	26,73	5,0	29,60	5,5	32,89	6,0	36,00	6,5	39,14
4,55	27,04	5,05	30,11	5,55	33,20	6,05	36,32	6,55	39,45
4,6	27,34	5,1	30,42	5,6	33,51	6,1	36,63	6,6	39,76
4,65	27,65	5,15	30,73	5,65	33,81	6,15	36,94	6,65	40,08
4,7	27,96	5,2	31,04	5,7	34,13	6,2	37,26	6,7	40,39
4,75	28,27	5,25	31,34	5,75	34,45	6,25	37,57	6,75	40,71
4,8	28,57	5,3	31,66	5,8	34,76	6,3	37,88	6,8	41,02
4,85	28,88	5,35	31,96	5,85	35,07	6,35	38,20	6,85	41,34
4,9	29,19	5,4	32,27	5,9	35,38	6,4	38,51	6,9	41,65
4,95	29,49	5,45	32,58	5,95	35,69	6,45	38,82	6,95	41,97

г) Весовой метод

Отвешивают в стаканчик с притертой пробкой 3—5 г (с точностью 0,001 г) хорошо перемешанных сливок, выливают их в специальный цилиндр с краном (см. рис. 14), стаканчик вновь взвешивают и по разности узнают вес взятых для анализа сливок.

Сливки в приборе разбавляют водой до объема приблизительно 10 мл, прибавляют 1 мл 10%-ного раствора аммиака (плотностью 0,96), хорошо взбалтывают и после полного растворения белков вносят в прибор пипеткой 10 мл 96%-ного спирта и вновь взбалтывают. Далее приливают серный, петролейный эфиры, поступая в точности так, как при определении жира в молоке весовым методом (стр. 22).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА В ГОМОГЕНИЗИРОВАННЫХ СЛИВКАХ

В гомогенизированных сливках содержание жира определяется так же, как и в негомогенизированных, с той разницей, что центрифугирование бутирометров производят не один, а три раза, каждый раз с предварительным подогреванием в воде при температуре последней 65° в течение 5—10 мин.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕЛКОВ, МОЛОЧНОГО САХАРА И ПР.

Белки, молочный сахар и пр. определяют так же, как в молоке, применяя разбавление сливок в 3—5 раз, в зависимости от жирности, и работая с разбавленными сливками как с молоком.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫХОДА СЛИВОК

Выход сливок в процентах от количества просепарированного молока вычисляется по следующей формуле:

$$X = \frac{A \cdot 100}{B},$$

где: X — выход сливок (в %),
A — количество сливок,
100 — постоянный коэффициент,
B — количество молока.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ОБЕЗЖИРИВАНИЯ МОЛОКА

Степень обезжиривания молока выражают в процентах количества жира, перешедшего из молока в сливки. Вычисление степени обезжиривания молока производится по следующей формуле:

$$X = 100 - \left(\frac{A \cdot (100 - B)}{B} \right).$$

где: X — степень обезжиривания,
100 — постоянный коэффициент (жирность молока, принятая за 100),
A — процент жира в обезжиренном молоке,
B — выход сливок (в %),
B — процент жира в молоке.

Пример. Жира в обезжиренном молоке 0,05%; жира в молоке 4%; выход сливок 15%; степень обезжиривания молока будет:

$$x = 100 - \left[\frac{0,05 \cdot (100 - 15)}{4,0} \right] = 98,94\%.$$

Таким образом, 98,94% от абсолютного количества жира, содержащегося в молоке, перешло в сливки, а 1,06% осталось в обезжиренном молоке.

МОРОЖЕНОЕ

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

При исследовании готового мороженого при выпуске из производства, на базах и в торговой сети от каждой партии мороженого в гильзах отбирают каждую двадцатую гильзу, а если в партии менее 20 гильз — отбирают одну.

От партии более 20 гильз отбирают не менее двух проб, из которых каждую от одной гильзы.

Образец отбирают чистым щупом погружением его в гильзу с мороженым на расстоянии 2—5 см от стенки гильзы, направляя щуп наискось к противоположной стороне гильзы до ее дна.

Для составления среднего образца гильзового мороженого со щупа снимают чистым шпателем из разных мест около 50 г пробы. Из всех отобранных гильз для полного анализа берется образец в количестве около 200 г.

От каждой партии фасованного мороженого (эскимо, фасовка в бумажной таре) пробу отбирают в размере 0,2—0,1 % от общего количества единиц, и от каждой пробы — 2—3 единицы.

От каждой партии тортов отбирают 1—2 торта и для пробы вырезают $\frac{1}{8}$ часть от двух тортов и $\frac{1}{4}$ часть от одного торта.

Образцы мороженого до производства анализа должны храниться при температуре не выше -10° .

В процессе производства для исследования берут смесь, приготовленную для замораживания. Пробу берут из каждого танка или ванны методом, который применяется для взятия проб молока.

Мороженое перед исследованием расплавляют погружением стакана в воду, имеющую температуру 20° . После расплавления смесь хорошо перемешивают.

Если мороженое содержит фрукты, миндаль, срезки, изюм и др., то расплавленное мороженое фильтруют через слой марли.

При подготовке к анализу образца мороженого «эскимо с глазурью» глазурь предварительно отделяют.

С тортов мороженого снимают украшения и отбирают из разных мест среднюю пробу в количестве около 250 г; после расплавления и фильтрации через марлю смесь хорошо перемешивают.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) В сливочном бутирометре

В сливочный бутирометр (см. рис. 75) отвешивают 5 г расплавленного мороженого с точностью до 0,01 г, прибавляют 15 мл серной кислоты плотностью 1,5 (реактив 2), 1 мл изоамилового спирта и закрывают резиновой пробкой. Бутирометр встряхивают, ставят в водяную баню с температурой 65—70° до полного растворения белков. После этого центрифугируют в течение 5 мин. при 800—1000 об/мин. Центрифугирование применяют трехкратное. Затем вновь ставят в баню при той же температуре и через 5 мин. вынимают из бани и отсчитывают процентное содержание жира. Показание бутирометра даст непосредственный процент жира в мороженом.

б) В молочном бутирометре

Отвешивают в бутирометр с 10 мл серной кислоты плотностью 1,5 около 5 г расплавленного мороженого с точностью до 0,01 г. Затем добавляют 5 мл серной кислоты той же плотности, 1 мл изоамилового спирта и дальше поступают, как при определении жира в сливочном бутирометре.

Содержание жира в процентах вычисляют по формуле:

$$жс = \frac{a \cdot 11}{b},$$

где: а — показание бутирометра,
б — навеска мороженого.

Весовой метод

Определение процентного содержания жира весовым методом производится, как в молоке (стр. 22).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХИХ ВЕЩЕСТВ

а) Метод высушивания при температуре 102—105°

Определение процентного содержания сухих веществ методом высушивания при 102—105° ведется в расплавленном мороженом, аналогично тому, как это делается в молоке (стр. 86).

б) Ускоренный метод высушивания — метод Кульмана

В алюминиевый стаканчик помещают около 10—12 г безводного парафина, 1—2 г (ориентировочно) прокаленной пемзы или мелкого песка и небольшую стеклянную палочку. Взвешивают с точностью до 0,01 г. Во взвешенную чашечку пипеткой вливают 5 мл расплавленного мороженого и снова взвешивают. Затем чашечку помещают на нагретую до 150° песчаную баню (слой песка не менее 3 см).

При постоянном помешивании палочкой испаряют воду. Нагревание продолжают 12 мин. По истечении указанного времени стаканчик снимают щипцами с песчаной бани, опускают для охлаждения на 3—4 мин. в холодную воду, после чего насухо снаружи вытирают и взвешивают с той же точностью. Процентное содержание сухого вещества в мороженом вычисляют по формуле:

$$c = \frac{b - a}{b - a} \cdot 100,$$

где: а — вес стаканчика с парафином, пемзой и палочкой,
б — то же + 5 мл мороженого до высушивания,
в — то же после высушивания.

Параллельно ставят другую чашку или стаканчик с таким же количеством парафина и пемзы, но без мороженого, в стаканчик опускают термометр, подвешенный на штативе так, чтобы ртутный шарик находился в парафине. По показаниям термометра регулируют нагревание при определении влаги. Для контроля температуры можно пользоваться укороченными термометрами со шкалой от 120 до 200°, которые одновременно могут служить и палочкой.

в) Экспресс-метод Михайлова и Бузук

В алюминиевую чашку (с крышкой) диаметром 50 мм, высотой 20 мм, с ровным гладким дном, предварительно высушенную и охлажденную, отвешивают (с точностью до 0,01 г) 0,9—1,1 г хорошо перемешанного мороженого. Из пипетки добавляют 1 мл дистиллированной воды. Содержимое чашки перемешивают, распределяя его равномерно по всему дну осторожным покачиванием чашки. Чашку с навеской щипцами переносят на нагревательный прибор, на котором находится железный лист, имеющий на поверхности температуру около 180°. Выпаривание должно происходить при интенсивном кипении жидкости, сухое вещество остается в виде пористой массы. Если влага выпаривается медленно, без кипения, остаток в чашке образует плотную пленку, плохо поддающуюся просушиванию.

Концом нагревания считается момент легкого пожелтения сухого остатка. Чашку переносят в сушильный шкаф с температурой 110° на 10 мин. После этого, закрыв чашку крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Процентное содержание сухого остатка вычисляют по формуле:

$$c = \frac{(b - a) 100}{b - a},$$

где: с — процент сухого вещества в мороженом,
а — вес чашки с крышкой,
б — вес чашки с крышкой и навеской до выпаривания,
в — вес чашки с крышкой после выпаривания.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) Поляриметрический метод Дьяченко

На техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают нормальную навеску расплавленного мороженого в мерную колбу на 100 мл.

Расчет нормальной навески мороженого производится по следующей формуле:

$$H = 26,0 \cdot \frac{100 - [(Ж \cdot 1,075) + (Б \cdot 0,8)] \cdot 0,26}{100},$$

где: 26,0 — навеска продукта в 100 мл, при которой 1° шкалы поляриметра соответствует 1% сахара в растворе.

Ж — процентное содержание жира в мороженом,

Б — процентное содержание белка в мороженом,

1,075 — поправка на объем (в мл) на 1 г жира,

0,8 — поправка на объем (в мл) на 1 г белка.

Пример. Для молочного мороженого, отвечающего требованию ГОСТ 119-41 при содержании белка 3,5% (из расчета СОМО около 10%) с содержанием 3,5% жира нормальная навеска (H) выразится:

$$H = 26 \cdot \frac{100 - [(3,5 \cdot 1,075) + (3,5 \cdot 0,8)] \cdot 0,26}{100} = 25,58.$$

Для разрушения оптической активности молочного сахара в колбу с навеской приливают 10 мл известкового молока (реактив 76), предварительно хорошо размешанного энергичным встряхиванием.

Затем в ту же колбу приливают 40 мл дистиллированной воды, смывая остатки мороженого и извести с горлышка колбы. Содержимое перемешивают и колбу погружают в кипящую баню, где выдерживают при постоянном помешивании в течение 5 мин.

По окончании нагревания колбу охлаждают. Содержимое колбы нейтрализуют 7,0 мл разведенной (1 : 4) серной кислоты, после чего прибавляют 5,0 мл раствора основного уксуснокислого свинца (реактив 54). Все тщательно перемешивают круговым вращением колбы, стараясь не смачивать узкую часть горлышка колбы.

По истечении 5 мин. избыток свинца осаждают 1,0 мл насыщенного раствора дифосфата натрия (Na_2HPO_4) и доливают колбу дистиллированной водой до метки. После этого колбу закрывают пробкой, энергично взбалтывают и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Чтобы концентрация раствора не изменялась, воронку накрывают часовым стеклом и все операции производят тщательно и быстро.

Фильтрат поляризуют в трубке длиной в 200 мм при температуре 20°.

Показание шкалы поляриметра соответствует содержанию свекловичного сахара в мороженом.

б) Объемный метод

10 г мороженого, отвешенного в стаканчике, с точностью до 0,01 г, переносят без потерь в мерную колбу на 500 мл, смывают стаканчик дистиллированной водой, добавляют до половины колбы воды и осаждают белки 10 мл 1-й жидкости Феллинга и 4 мл 0,1 N раствора NaOH. Дальше поступают, как при определении свекловичного сахара в сгущенном молоке (см. стр. 233). Для определения сахара после инверсии берут 20 мл фильтрата, что соответствует 0,4 г мороженого; для определения до инверсии берут 50 мл фильтрата; все другие реактивы берут в том же количестве, как при исследовании сгущенного молока.

Вычисление содержания количества миллиграммов меди, восстановленной сахарозой в 20 мл фильтрата производят по формуле:

$$M = \left(a - \frac{b}{2,5} \right) K,$$

где: M — количество мг меди.

a — количество мл $KMnO_4$ пошедших на титрование после инверсии,

b — количество мл $KMnO_4$, пошедших на титрование до инверсии,

K — титр $KMnO_4$ (в мг меди).

По найденному количеству меди устанавливают содержание свекловичного сахара в миллиграммах по табл. XI приложения.

Полученное число соответствует содержанию свекловичного сахара в миллиграммах в 0,4 г мороженого.

Процентное содержание вычисляют по формуле:

$$C = \frac{B \cdot 100}{0,4 \cdot 1000},$$

где: B — содержание свекловичного сахара (в мг), найденное по таблице,

0,4 — количество мороженого (в г) в 20 мл фильтрата, взятого для титрования,

1000 — перевод мг сахара (в г).

в) Иодометрический метод

Определение содержания сахара производится точно так же, как в сгущенном молоке с сахаром (стр. 233). Фильтрат приготавливают, как указано в п. «б» (объемный метод). Для вычисления процентного содержания свекловичного сахара разность в количестве миллилитров $Na_2S_2O_3$, пошедших на титрование, до и после инверсии, умножают на постоянный коэффициент 3,39, который получается согласно формуле:

$$\frac{17,1 \cdot 100 \cdot 0,99}{500}.$$

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Определение процентного содержания белковых веществ производится, как в молоке (стр. 23). Навеска мороженого берется около 5 г.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

а) В неокрашенном мороженом

Метод титрования. В небольшую коническую колбу или химический стаканчик отмеривают 10 мл мороженого, прибавляют 20 мл дистиллированной воды, 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи до появления не исчезающего в течение 1 мин. розового окрашивания. Число миллилитров щелочи, пошедших на нейтрализацию, умножают на 10, получают градусы кислотности.

б) В окрашенных продуктах

1) Электрометрический метод Горбачевой

Для определения кислотности в окрашенных продуктах пользуются специальным прибором (рис. 78), приспособленным для элект-

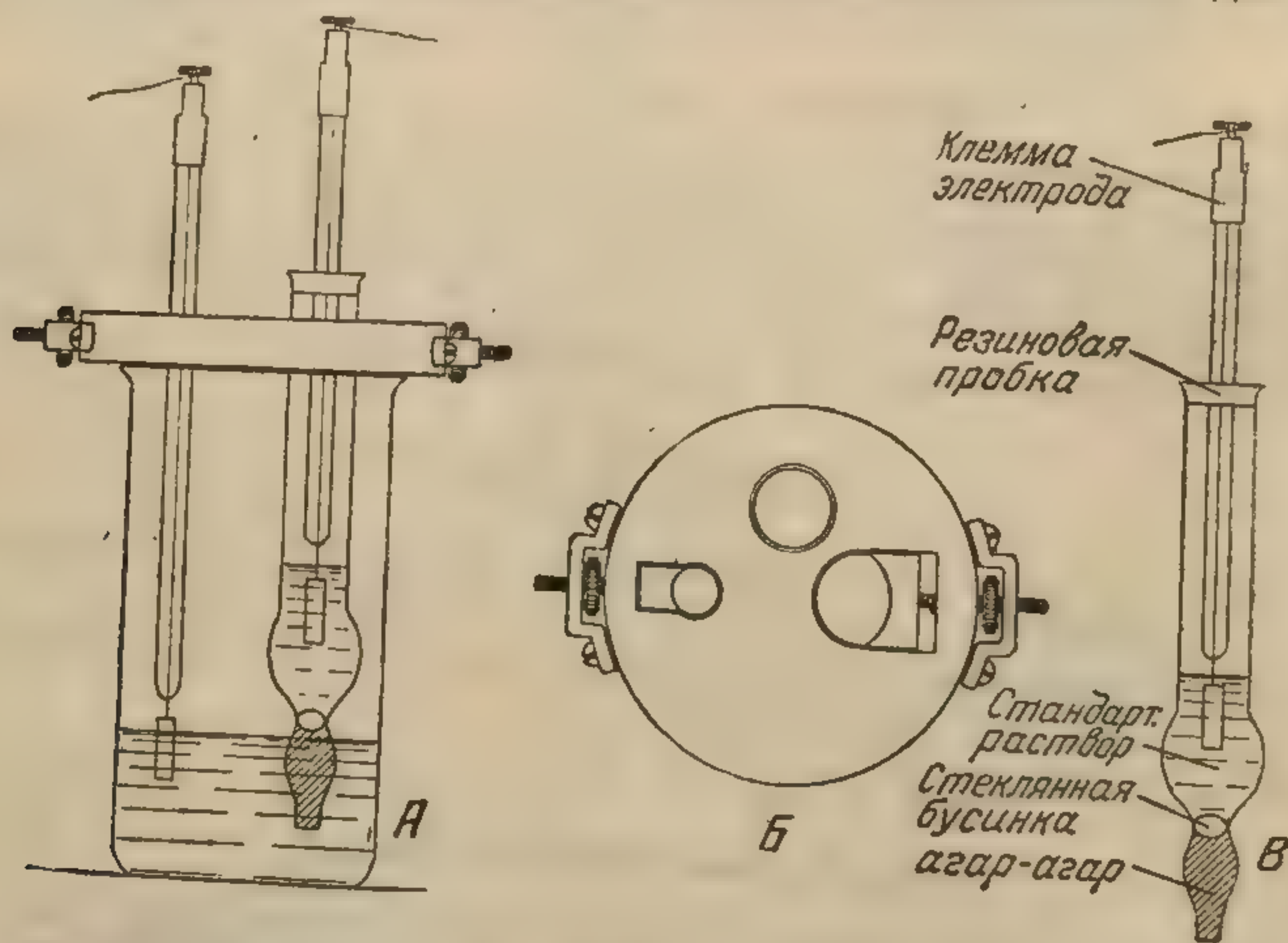


Рис. 78. Прибор для определения кислотности окрашенных растворов

рометрического титрования. В приборе имеется чувствительный гальванометр, звонковая кнопка, трубка для стандартного раствора с двумя расширениями, стеклянные электродные трубки диаметром около 0,5 см и длиной 15—20 см, со впаянными на одном конце платиновыми проволочками такой длины, что наружу выходит 0,2—0,3 см проволоки.

Трубка для стандартного раствора В. Трубка делается из хлоркальциевой трубки, узкий конец которой срезают и оплавливают. Длина трубки 11—12 см, диаметр 1,2—1,5 см. Меньший шарик трубки заполняют 2—3,5%-ным агаром в насыщенном растворе хлористого калия. В трубку опускают стеклянную бусинку и направляют ее так, чтобы она вошла в агаровый раствор и тем самым прикрыла его. Охлаждением в струе холодной воды агар закрепляется в трубке. Заряженные трубки нужно хранить в растворе насыщенного хлористого калия. При определении кислотности в стакан прибора А отмеривают 10 мл (или отвешивают 10 г) исследуемого мороженого, 20 мл дистиллированной воды и около 0,01 химически чистого хингидрона. По размешивании стакан закрывают крышкой с тремя отверстиями Б, в одном отверстии (небольшом) укрепляют электрод, опускаемый в титруемую жидкость, в другом (большом) укрепляется подготовленная, как будет указано ниже, трубка с другим электродом, опускаемым в стандартный раствор фосфата (реактив 77), и через третье отверстие пропускают конец бюретки.

Трубку предварительно наполняют стандартным раствором приблизительно до половины высоты, так чтобы платиновая часть электрода была полностью погружена, прибавляют немного хингидрона и хорошо размешивают опущенным туда электродом. Электрод плотно укрепляют резиновой пробкой в трубке. Концы электродов соединяют с клеммами гальванометра. Вследствие неодинаковой концентрации водородных ионов в мороженом и в контрольном растворе получается система, дающая электродвижущую силу, обнаруживаемую гальванометром. Величина электродвижущей силы зависит от кислотности мороженого. Чем кислее мороженое, тем электродвижущая сила больше. При соединении стандартного раствора (имеющего нейтральную реакцию по фенолфталеину) с испытуемым мороженым стрелка гальванометра отклоняется в одну определенную сторону. Теперь начинают титрование 0,1 N раствором щелочи, отчего отклонение уменьшается, и при наступлении момента нейтрализации мороженого стрелка останется без движения, что указывает на конец титрования. Число миллилитров 0,1 N щелочи, пошедшей на титрование, умноженное на 10, дает кислотность мороженого в градусах кислотности.

По окончании работы электрод, находящийся в молочной смеси, необходимо промывать в серной кислоте или хромовой смеси для удаления белково-жировой пленки, а затем хорошо промыть дистиллированной водой, а трубку со стандартным раствором — в насыщенном растворе хлористого калия.

2) Метод простого титрования

Можно, но с меньшей точностью, чем при электрометрическом титровании, пользоваться методом простого титрования; только для более ясного определения момента перехода окраски навеску в 10 г расплавленного мороженого разбавляют 40 мл дистиллированной

воды. Рядом ставят контрольную пробу: колбу с таким же количеством мороженого и воды. Конец титрования устанавливают, сравнивая окраску титруемого раствора с контрольным.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЗБИТОСТИ МОРОЖЕНОГО

а) Определение взбитости в производственных условиях

Взбитость мороженого представляет собой увеличение объема готового продукта против объема смеси, выраженного в процентах к первоначальному объему смеси, и определяется по следующей формуле:

$$B = \frac{M_1 - M}{M} \cdot 100,$$

где: B — взбитость (в %),
 M_1 — объем мороженого (в л),
 M — объем смеси (в л).

Например, если количество смеси для замораживания было взято 40 л, получено мороженого 70 л, взбитость его в процентах будет:

$$\frac{70 - 40}{40} \cdot 100 = 75\%.$$

Практически степень взбитости удобнее вычислять, исходя не из объема смеси и мороженого, а из их веса. Количество введенного в смесь воздуха обратно пропорционально объемному весу мороженого и определяется по следующей формуле:

$$B = \frac{M - M_1}{M_1} \cdot 100$$

где: B — взбитость в процентах,
 M — вес определенного объема смеси (в кг),
 M_1 — вес мороженого в том же объеме (в кг).

Например, если вес 1 л смеси равен 1,5 кг, а вес того же объема мороженого равен 0,85 кг, взбитость будет:

$$\frac{1,5 - 0,85}{0,85} \cdot 100 = 76,47\%.$$

б) Определение взбитости в готовом мороженом

Вырезают ножом или специальной формочкой кусок мороженого объемом 50 мл и помещают его в стеклянную воронку, вставленную в мерную колбу на 250 мл. Мороженое без потерь переводят в мерную колбу постепенным приливанием в воронку 200 мл теплой воды (40—50°). Вода отмеривается мерной колбой или пипеткой. Мороженое тает и вместе с водой поступает в мерную колбу. Для удаления

пены после охлаждения добавляют отмеренные пипеткой 1—2 мл серного эфира. Затем из бюретки доливают колбу до метки водой, записывая объем прилитой воды. Сумма объема воды, добавленной из бюретки, и объема добавленного эфира соответствует количеству воздуха в 50 мл мороженого. Процент взбитости определяется по формуле:

$$x = \frac{(a + b) \cdot 100}{50 - (a + b)},$$

где: x — процент взбитости,

a — количество мл добавленного эфира,

b — количество мл добавленной воды.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ И ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ

Определение производится или в смеси, приготовленной для замораживания, или в расплавленном мороженом методом, описанным на стр. 151.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ЭМУЛЬГАЦИИ ЖИРА В СМЕСИ

Определение степени эмульгации жира в смеси для мороженого производится микроскопическим исследованием жировых шариков, как это описано для молока (стр. 201).

КИСЛО-МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

I. ПРОСТОКВАША

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

От каждой партии простокваши в той упаковке, в которой она выпускается из производства, отбирается для исследования такое же количество единиц, как от партии молока, расфасованного в бутылки (стр. 12).

Образцы до анализа надо сохранять при температуре не выше 10° .

Отобранные образцы перед анализом распечатывают и тщательно размешивают до получения однородной массы.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

5 г тщательно перемешанной простокваши отвешивают на технико-химических весах с точностью до 0,01 г в химический стаканчик емкостью 100 мл, затем приливают небольшими порциями 50 мл дистиллированной воды, нагретой до 40° , тщательно растирая продукт толстой стеклянной палочкой с резиновым наконечником, до получения однородной массы. После этого прибавляют 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи до не исчезающей в течение 1 мин. розовой окраски.

Количество израсходованной на титрование щелочи умножают на 20 и получают градусы кислотности.

Можно вместо отвешивания отмерить пипеткой 10 мл тщательно перемешанной простокваши, пипетку ополоснуть 20 мл воды, сливая воду в ту же колбу, и далее поступать, как указано выше. Количество 0,1 N щелочи, пошедшей на титрование, умножают на 10.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

В молочный бутирометр отмеривают 10 мл серной кислоты плотностью 1,820—1,825 и 5 мл тщательно перемешанной простокваши. Пипетку, которой отмеривалась простокваша, держат над бутирометром и, взяв в другую руку вторую пипетку, с 6 мл воды, осторожно промывают ею первую пипетку, спуская промывные воды

в бутирометр. Слив все 6 мл воды в бутирометр, прибавляют 1 мл изоамилового спирта. Далее поступают, как при определении жира в молоке (стр. 14). Результат отсчета столбика выделившегося жира умножают на 2,2, получают граммы жира в 100 мл простокваши.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ

Определение всех составных частей простокваши производится так же, как и в молоке.

II. КЕФИР И КУМЫС

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

Отбор образцов производится, как указано при отборе проб от партии молока, расфасованного в бутылки.

Подготовка пробы имеет существенное влияние на результаты анализа, так как ввиду происходящих в кефире и кумысе процессов брожения состав их изменяется. Особенно важным при подготовке проб для анализа является выделение углекислого газа, количество которого при откупоривании бутылок бывает значительным, благодаря чему образуется пена, не дающая возможности произвести точно отмеривание. Даже если кефир и кумыс доставлены в открытой посуде, то и тогда выделяются пузырьки газа, образующие пену, мешающую отсчету. Для освобождения от углекислого газа доставленный для анализа кефир (кумыс) выливают во вместительную коническую колбу (емкостью около 500 мл) и нагревают при помешивании на водяной бане в течение 10 мин., поддерживая температуру 45°. За это время углекислый газ выделяется, после чего жидкость охлаждают до 20° и в подготовленном таким образом продукте производят все определения, за исключением определения общей кислотности и углекислоты.

Для определения общей кислотности до начала нагревания отливают 30—50 мл жидкости в стаканчик, из которого после спадения пены отмеривают необходимый объем (не принимая во внимание небольшой пены, всегда образующейся в мерных приборах). Пробы, подготовленные указанным способом, но не поступающие тотчас в анализ, необходимо сохранять на льду. Консервирования проб рекомендовать нельзя, — в крайнем случае прибавляют формалин, учитывая увеличение кислотности.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

Постоянная кислотность. Отмеривают пипеткой 10 мл кумыса или кефира, подготовленного, как указано выше, для удаления углекислоты, в коническую колбу емкостью 60—100 мл, прибавляют 20 мл дистиллированной воды, ополаскивая ею пипетку, которой наливали кумыс в ту же колбу, 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и при побалтывании титруют 0,1 N раство-

ром едкого натрия. Количество щелочи, пошедшей на нейтрализацию, умножают на 10 и получают цифры постоянной кислотности в градусах.

Для выражения кислотности в граммах молочной кислоты постоянной кислотность умножают на 0,009.

Общая кислотность. Из ненагретого кумыса или кефира отмеривают пипеткой 10 мл, прибавляют 20 мл дистиллированной воды, смывая ею пипетку от кумыса, 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют, как при определении постоянной кислотности.

Результат умножают на 10.

Устранимая кислотность. Из величины градусов общей кислотности вычитают величину постоянной кислотности, — получают градусы устранимой кислотности.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

В бутирометр для молока отмеривают 10 мл H_2SO_4 , плотностью 1,820—1,825, и пипеткой 5 мл хорошо перемешанного кефира или кумыса и далее поступают, как при определении жира в простокваше (см. стр. 210).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

Определение плотности в кефире и кумысе можно производить в очень тщательно размешанной пробе пикнометрическим путем, используя в качестве пикнометра мерную колбу емкостью в 100 мл. Методику определения см. на стр. 138.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

Общее количество. Общее количество азотистых веществ определяется сжиганием точной навески кумыса около 10 г по Кьельдалю аналогично таковому в коровьем молоке (стр. 23).

При пересчете азота на белки пользуются коэффициентом 6,45.

Азот казеина. Около 10 г кумыса отвешивают с точностью до 0,01 г в химический стаканчик, разбавляют 90 мл воды, нагретой до 45—50°, размешивают тщательно и дают казеину осесть. После этого, взяв пипеткой известный объем жидкости (1 мл), определяют в ней величину pH индикаторным методом (стр. 96); если она выше 4,7, то доводят ее до этой величины, прибавляя раствор 10%-ной уксусной кислоты (может потребоваться только несколько десятых миллилитра). Величина pH, равная 4,7, соответствует изоэлектрической точке казеина, когда его растворимость наименьшая. Получив эту величину pH в жидкости, перемешивают, дают осесть казеину и фильтруют в химический стаканчик через плотный складчатый фильтр, поддерживая температуру раствора 45—40°. На фильтре остается казеин, который промывают 3—4 раза подкисленной (до pH = 4,7) водой. Если фильтрат не совсем прозрачный, его вторично пропускают через тот же фильтр. Обычно фильтрование идет

медленно. Промытый на фильтре осадок вместе с фильтром сжигают по Кьельдалю (стр. 23).

Азот кислотного альбумина. Фильтрат от предыдущего определения вместе с промывными водами нагревают на сетке до кипения и кипятят 5 мин. Выпадает осадок кислотного альбумина, его горячим отфильтровывают, промывают на простом фильтре 3—4 раза подкисленной водой и сжигают по Кьельдалю.

Азот щелочного альбумина. Фильтрат от предыдущего определения нейтрализуют до слегка щелочной (чуть розовой) реакции по фенолфталеину, соответственно величине рН, равной 8,0, для чего после прибавления 3 капель 2%-ного раствора фенолфталеина жидкость нейтрализуют 0,5 N раствором щелочи. После этого жидкость вновь осторожно кипятят 5 мин. на сетке, выпавший осадок щелочного альбумина отфильтровывают через простой фильтр, промывают 3—4 раза на фильтре водой, подщелоченной до рН, равной 8,0, сжигают вместе с фильтром и определяют азот по Кьельдалю.

Азот пептонов. В фильтрат, полученный после выделения альбумина, прибавляют серной кислоты (50%-ный раствор) в таком количестве, чтобы концентрация серной кислоты в растворе была приблизительно 5%. Затем раствор нагревают до 40° и осаждают пептоны 15 мл 10%-ного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты. Выделившийся осадок отфильтровывают через простой фильтр, промывают 3—4 раза слабым раствором фосфорно-вольфрамовой кислоты и сжигают по Кьельдалю.

Разность между общим количеством азота и азотами казеина, альбумина и пептонов дает азот остальных азотистых соединений.

Азот аминокислот. Азот аминокислот определяют по ван-Слайку в сыворотке кумыса, полученной осаждением казеина уксусной кислотой.

Навеску кумыса в 10—20 г обрабатывают, как указано для отделения казеина, кипятят сыворотку, отфильтровывают и ведут определение, как указано на стр. 36.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СПИРТА

а) Метод перегонки

100—200 г кефира или кумыса отвешивают в круглодонной колбе с точностью до 0,1 г, прибавляют по каплям 10%-ный раствор едкого натра или кали до слабо щелочной реакции по лакмусовой бумажке, бросают в колбу несколько стеклянных капилляров, соединяют колбу с холодильником и начинают перегонку при умеренном нагревании. В качестве приемника служит мерная колба на 100 мл. Отгонку прекращают после наполнения приемника на $\frac{1}{2}$ или $\frac{2}{3}$. Если отгон мутный, его перегоняют вторично, переводя в чистую перегонную колбу и добавив воды приблизительно до 100 мл.

После перегонки мерную колбу дополняют до метки водой, имеющей температуру 20°, тщательно перемешивают, наполняют получен-

ным отгоном подготовленный и взвешенный пикнометр и определяют вес пикнометра с отгоном.

Вычисляют относительный вес отгона по формуле:

$$D = \frac{a_2 - a_1}{V}$$

где: D — относительный вес отгона,

a_1 — вес пикнометра пустого,

a_2 — вес пикнометра с отгоном,

V — вес воды в объеме пикнометра.

Содержание спирта находят по табл. 35.

Таблица 35

Определение количества спирта по относительному весу водно-спиртовых смесей

Относительный вес водно-спиртовой смеси $d \frac{20^\circ}{20^\circ}$	Спирт в 100 мл водно-спиртовой смеси (в г)	Относительный вес водно-спиртовой смеси $d \frac{20^\circ}{20^\circ}$	Спирт в 100 мл водно-спиртовой смеси (в г)	Относительный вес водно-спиртовой смеси $d \frac{20^\circ}{20^\circ}$	Спирт в 100 мл водно-спиртовой смеси (в г)
1,000	0,00				
0,9999	05	0,9969	1,66	0,9939	3,33
8	10	8	71	8	38
7	16	7	77	7	44
6	21	6	82	6	50
5	26	5	88	5	56
4	32	4	93	4	61
3	37	3	98	3	67
2	42	2	2,04	2	73
1	48	1	09	1	78
0	53	0	15	0	84
9989	59	9959	20	9929	90
8	64	8	26	8	96
7	69	7	32	7	4,02
6	74	6	37	6	08
5	80	5	43	5	14
4	85	4	48	4	20
3	90	3	54	3	26
2	96	2	59	2	31
1	1,01	1	65	1	37
0	06	0	70	0	43
9979	12	9949	76	9919	49
8	17	8	82	8	55
7	23	7	87	7	61
6	28	6	93	6	67
5	34	5	98	5	73
4	39	4	3,04	4	79
3	44	3	10	3	85
2	50	2	16	2	91
1	55	1	21	1	97
0	60	0	27	0	5,03

Если для перегонки было взято 200 мл кефира или кумыса, то найденное количество спирта делят на 2.

б) Метод окисления

К 200 мл кефира или кумыса в колбе емкостью около 500 мл прибавляют 5%-ного раствора едкого натрия до слегка щелочной реакции (о реакции судят по окраске лакмусовой бумажки, брошенной в перегонную колбу) и отгоняют через холодильник в приемную колбу ровно 100 мл жидкости. После тщательного размешивания из отгона отмеривают пипеткой 20 мл (что соответствует 40 мл кефира или кумыса) в коническую колбу емкостью около 200 мл и прибавляют 25 мл 0,2 N раствора двуххромовокислого калия (реактив 78) и 10 мл серной кислоты (плотностью 1,84).

Жидкость нагревают 10 мин. на кипящей водяной бане с обратным холодильником, после чего в горячую жидкость прибавляют 50 мл 0,1 N раствора соли Мора (реактив 56) и жидкость в горячем состоянии титруют 0,1 N раствором марганцевокислого калия (реактив 79) до появления первой не исчезающей при взбалтывании розовой окраски. Окраска при стоянии раствора исчезает, с чем не нужно считаться.

Процентное содержание спирта находят по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0,00115 \cdot 100}{40} \cdot 0,97,$$

где: a — количество мл 0,1N раствора KMnO_4 , пошедших на титрование,

0,00115 — титр 0,1N раствора спирта соответствует 1 мл 0,1N KMnO_4 ,

40 — содержание кефира или кумыса (в мл) в 20 мл отгона,

0,97 — коэффициент перевода миллилитров кефира или кумыса (в г).

Если титрованные растворы не точны, то количество прибавленных растворов 0,2 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и 0,1 N соли Мора приводят в соответствие с титрами этих растворов к количеству, соответствующему 25 мл точного раствора 0,2 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и 50 мл 0,1 N раствора соли Мора. В этом случае количество спирта определяют по формуле:

$$(A - B + C) \cdot 0,00115,$$

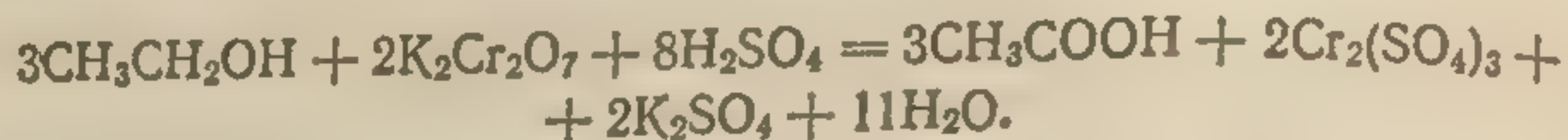
где: A — количество миллилитров 0,2N раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, умноженное на 2 (перевод в 0,1N раствор),

B — количество мл 0,1N раствора соли Мора,

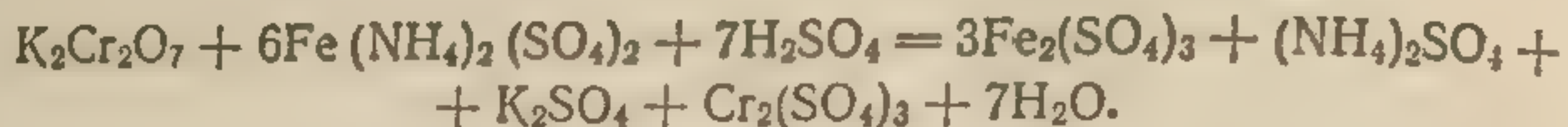
C — количество мл 0,1N раствора KMnO_4 .

Если в 20 мл отгона содержится больше 50 мг спирта, то отгон разводят дистиллированной водой, с тем чтобы в 20 мл полученной смеси было не больше 50 мг спирта.

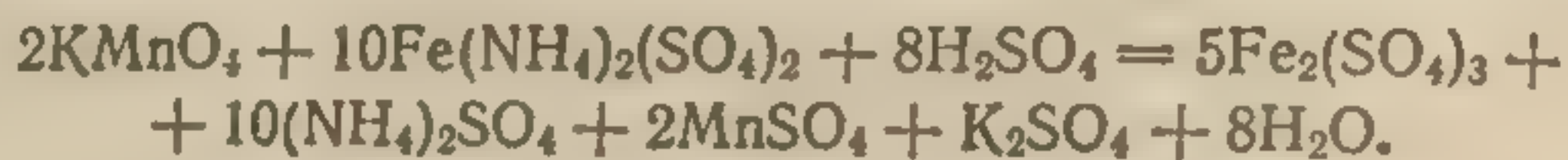
Сущность метода. Определение спирта основано на способности двуххромовокислого калия в определенных условиях количественно окислять спирт в уксусную кислоту по следующей реакции:



Избыток $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, не вступивший в реакцию, окисляет добавленную в эквивалентном количестве к взятому двуххромовокислому калию соль Мора по реакции:



Избыток же взятой соли Мора оттитровывают 0,1 N раствором KMnO_4 :



Согласно приведенным реакциям, избыток $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, оттитрованный 0,1 N раствором KMnO_4 , эквивалентен $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, пошедшему на окисление спирта: 1 мл 0,1 N KMnO_4 соответствует 0,00115 г спирта.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ

Определения других составных частей кумыса и кефира не отличаются от таковых в молоке.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕКИСЛОТЫ

Прибор для определения углекислоты (рис. 79) состоит из: 1 — колбы емкостью около 1 л, снабженной резиновой пробкой с двумя отверстиями; через одно отверстие проходит до дна стеклянная трубка, согнутая снаружи под острым углом, через другое проходит более широкая трубка, оканчивающаяся непосредственно под пробкой; обе трубки заканчиваются снаружи резиновыми трубками с плотными зажимами; 2 — холодильника с присоединенным к нему рядом поглотительных приборов для улавливания воды и углекислоты; 3 — промывалки с концентрированной H_2SO_4 ; 4 — хлоркальциевой трубки с CaCl_2 , насыщенным предварительно углекислотой, для поглощения паров H_2O ; 5 — кали-аппарата, содержащего 50%-ный раствор KOH , который поглощает CO_2 , трубки с шарообразными расширениями с концентрированной H_2SO_4 , и, наконец, для предохранения от попадания углекислоты из воздуха внутрь при-

бора — хл
Перед на
ним трубки
Взвеш
водят сле



Рис. 7

разъед
той. Уг
Вычисл
форму.

где: а
б
0,97

бора — хлоркальцевой трубки, наполненной натронной известью. Перед началом работы взвешиваются кали-аппарат и следующая за ним трубка с концентрированной H_2SO_4 .

Взвешивание и наполнение колбы кефиром или кумысом производят следующим образом: воздух в колбе разрежают водоструйным насосом. Закрывают зажим и взвешивают пустую колбу. Кефир и кумыс перед взятием навески охлаждают до -6° , открывают пробку бутылки и опускают до дна бутылки трубку, соединенную с узкой трубкой колбы, доходящей до дна колбы, открывают зажим, и кефир или кумыс засасывается в колбу в количестве примерно 300—400 г. Закрывают зажим и взвешивают колбу с продуктом.

После этого узкую трубку соединяют с промывалкой для газа, наполненной 50%-ным раствором КОН. Другую трубку присоединяют к холодильнику.

Когда аппарат собран, открывают зажим на трубке, доходящей до дна колбы, чтобы устранить разрежение, и вновь закрывают зажим. Открывают зажим на трубке, соединенной с холодильником, и начинают нагревать колбу. Продолжают нагревание в течение 20—30 мин., пропуская через холодильник воду. После этого прибор



Рис. 79. Схема аппарата для определения углекислого газа

разъединяют и взвешивают кали-аппарат и трубку с серной кислотой. Увеличение в весе дает количество выделившейся углекислоты. Вычисление процентного содержания углекислоты производят по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100 \cdot 0,97}{b},$$

где: а — привес в кали-аппарате и трубке с серной кислотой,
 б — навеска кефира или кумыса,
 0,97 — коэффициент для перевода миллилитров кефира или кумыса (в г).

III. ЗАКВАСКИ МОЛОЧНОКИСЛЫХ БАКТЕРИЙ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

Отбор пробы производится после тщательного размешивания закваски. В коническую колбу емкостью 100—150 мл пипеткой отмеривают 10 мл закваски. Затем, не отнимая пипетку от колбы, пропускают через нее 20 мл дистиллированной воды, перемешивают, добавляют 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи. Количество миллилитров умножают на 10.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ ЗАКВАСКИ (микроскопирование препарата)

Препарат готовится следующим образом: берется чистое предметное стекло и никелированная петля. Петлю тщательно (до покраснения) прокаливают на спиртовке и затем берут ею каплю размешанной закваски и тщательно растирают на слегка подогретом предметном стекле очень тонким слоем. Препарат просушивают на воздухе.

Для микроскопирования препарат после высушивания на воздухе фиксируют над пламенем спиртовой горелки. На фиксированный и еще не совсем остывший препарат наносят несколько капель раствора метиленовой синьки (насыщенный спиртовой раствор метиленовой синьки разводится 4—5 раз водой). Препарат нагревают короткое время над пламенем спиртовки и по остывании на воздухе смывают краску из промывалки струей дистиллированной воды. Препарат подсушивают на воздухе, слегка подогревая. На совершенно высохший препарат наносят каплю кедрового масла и исследуют под микроскопом с иммерсионной системой.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЦЕТИЛМЕТИЛКАРБИНОЛА (АЦЕТОИНА) ВМЕСТЕ С ДИАЦЕТИЛОМ

Аромат масла обуславливается наличием незначительного количества диацетила $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$, который является продуктом окисления ацетилметилкарбинола. Диацетил образуется в закваске и сливках при их созревании под действием кислорода воздуха.

а) Качественное определение

2 мл закваски отмеривают в небольшую пробирку и на кончике ножа добавляют пептона или креатина, смешивают, затем в пробирку прибавляют 2 мл 40%-ного раствора КОН; сильно взбалтывают; при этом ацетилметилкарбинол окисляется в диацетил. При наличии ацетилметилкарбинола и диацетила на поверхности жидкости не позже чем через 5 мин. появляется красное окрашивание. Окраска постепенно исчезает, поэтому метод не может быть использован для количественного определения, но он чрезвычайно чувстви-

телен, позволяет определить тысячные доли миллиграмма диацетила. Метод рекомендуется как контрольный в случаях, когда количественное определение дает отрицательный результат.

б) Количественное определение

К 200 мл тщательно перемешанной культуры или закваски в перегонной колбе добавляют 100 мл 20%-ного раствора хлорного железа (для окисления ацетона в диацетил). Затем смесь отгоняют в количестве 15—20 мл в раствор, состоящий из 4 мл 20%-ного раствора уксуснокислого натрия, 2 мл 20%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и 2 мл 20%-ного раствора хлористого никеля. Дистиллят при перегонке в указанном растворе образует красные кристаллы никельдиметилглиоксима $C_3H_{14}O_4Ni$. Колбу с образовавшимися кристаллами подогревают в течение часа при 80° или оставляют на сутки при комнатной температуре. Осадок отфильтровывают через тигель Гуча 2 раза, промывают на фильтре горячей водой и высушивают при $105—110^\circ$ в течение 45 мин. Коэффициент при переводе веса осадка никелевых солей на диацетил равен 0,596, на ацетонин 0,61. Результаты выражают количество ацетона и диацетила в 200 мл закваски.

Процентное содержание ацетона и диацетила в закваске находят как частное от деления полученного количества ацетона и диацетила в 200 мл закваски на 1,94.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАЦЕТИЛА И АЦЕТОИНА В ОТДЕЛЬНОСТИ

Определение диацетила и ацетона в отдельности производится описанным выше методом для диацетила вместе с ацетоином, но только отгонка из закваски ведется без прибавления раствора хлорного железа. В этом случае перегоняется только диацетил (15—20 мл дистиллята). Количество диацетила получают умножением веса осадка никельдиметилглиоксима на 0,596. После перегонки диацетила в перегонную колбу прибавляют 100 мл 20%-ного хлорного железа и снова отгоняют образовавшийся из ацетона диацетил в новую приемную колбу, содержащую ту же смесь растворов солянокислого гидроксиламина, хлористого никеля и уксуснокислого натрия.

Количество ацетона получают умножением веса осадка никельдиметилглиоксима на 0,61. Полученные цифры диацетила и ацетона относятся к 200 мл закваски, процентное содержание этих веществ получают как частное от деления полученных количеств в 200 мл закваски на 1,94.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ КИСЛОТ

К 200 мл культуры или закваски в колбе емкостью около 1 л добавляют 250 мл свежeproкипяченной для удаления CO_2 дистиллированной воды, 15 мл 5%-ного раствора серной кислоты и ведут отгонку с водяным паром на установке, представленной на рис. 34.

Прогонку регулируют таким образом, чтобы в течение 1,5—2 час. собрать 1 л дестиллята, который титруют 0,1 N раствором NaOH с 5 каплями 2%-ного раствора фенолфталеина.

Количество миллилитров 0,1 N раствора NaOH, пошедших на нейтрализацию 1 л дестиллята, дает количество летучих кислот.

При отборе культуры можно пользоваться микрометодом с уменьшенными количествами. В этом случае берут 50 мл культур, 50 мл воды и 3 мл 5%-ного раствора H_2SO_4 . Отгонку с водяным паром ведут до получения 200 мл дестиллята, которые и титруют 0,1 N раствором NaOH. Результаты выражают количеством миллилитров 0,1 N раствора NaOH на 100 мл культуры. При исчислении летучих кислот на 100 г закваски полученное число миллилитров умножают на 0,97.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОТДЕЛЬНЫХ ЛЕТУЧИХ КИСЛОТ

Идентификацию летучих кислот производят методом, описанным на стр. 21, беря для перегонки 200 мл тщательно перемешанной закваски.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭФИРОВ

200 мл тщательно перемешанной закваски перегоняют с водяным паром (стр. 80) до объема 200 мл.

100 мл полученного дестиллята переносят в колбу, нейтрализуют 0,1 N раствором NaOH, затем прибавляют 20 мл того же раствора щелочи и смесь кипятят в течение часа с обратным холодильником. После этого избыток щелочи оттитровывают 0,1 N раствором H_2SO_4 . По количеству связавшейся щелочи (разница между 20 и количеством миллилитров 0,1 N H_2SO_4 , пошедших на титрование) определяют общее количество эфиров (в 100 мл закваски), а при пересчете на уксусно-этиловый эфир умножают количество миллилитров связавшейся щелочи на 0,0072.

Для определения эфиров в 100 г закваски полученные числа умножают на 0,97.

IV. СМЕТАНА

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

При приемке сметаны от поставщиков на завод из каждой доставленной кадки отбирают отдельную пробу. При наводке сметаны на производстве пробу берут из каждого бака или чана. При контроле сметаны, расфасованной в кадки, при приемке, сдаче или качественной оценке на базах и в торговой сети вскрывают каждое десятое место. При наличии в партии менее 10 мест контролируют каждое место. Пробу из кадок берут пробником-щупом, опуская его до дна кадки через отверстие в крышке кадки. При взятии проб из баков сметану тщательно перемешивают мутовкой.

Более точн
тщательного
Из каждой
том, чтобы о
шал 50 г.
Отобранн
помещают в
корковой или
Допускае
меркой из ра
сметаны и д

2. ОПР

В специа
на 60% отве
воды, 10 мл
лового спир
вят на 5 ми
Вынув из це
после 3—5 м

В продук
нем конце
вставляют
серную кис
ния 70 на ц
отверстие
в воду, наг
тирметр о
личину сто

Вместо
стью 1,78—
1,56—1,60;

Отвеш
5 г смета
тщательно
1%-ного
лочи до
шивания.

Колич
лочи, по
кислотно

4. ОПР

Опред
таковому

Более точно проба сметаны берется из вскрытой кадки после тщательного размешивания содержимого ее.

Из каждой единицы упаковки производят выемки с таким расчетом, чтобы общий вес их для каждой единицы упаковки не превышал 50 г.

Отобранные образцы от каждой единицы упаковки в отдельности помещают в стеклянную банку с притертой или хорошо пригнанной корковой или резиновой пробкой.

Допускается отбор образцов сметаны производить ковшом или меркой из разных мест упаковки после тщательного размешивания сметаны и доведения ее до однородного состояния.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

В специальные бутирометры для сливок (см. рис. 75) со шкалой на 60% отвешивают 5 г сметаны. Затем в бутирометр вливают 5 мл воды, 10 мл серной кислоты (плотностью 1,78—1,79) и 1 мл изоамилового спирта. Бутирометр закрывают пробкой, встряхивают, ставят на 5 мин. в воду, нагретую до 60—65°, и центрифугируют 5 мин. Вынув из центрифуги, помещают в воду с температурой 60—65° и после 3—5 мин. стояния производят отсчет столбика жира.

В продуктовых бутирометрах — со стаканчиком и пробкой в верхнем конце (см. рис. 77) — отвешивают 5 г сметаны в стаканчик, вставляют в бутирометр и через верхнее его отверстие наливают серную кислоту (плотностью 1,60), приблизительно 20 мл (до деления 70 на шейке бутирометра) и 1 мл изоамилового спирта. Верхнее отверстие закрывают, бутирометр встряхивают, ставят на 5 мин. в воду, нагретую до 60—65°, центрифугируют 5 мин., затем опять бутирометр опускают в воду при 60—65° на 5 мин. и отсчитывают величину столбика жира.

Вместо отмеривания 5 мл воды и 10 мл серной кислоты плотностью 1,78—1,79 можно взять 15 мл серной кислоты плотностью 1,56—1,60; в последнем случае поступают, как указано на стр. 197.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

Отвешивают на техно-химических весах (с точностью до 0,01 г) 5 г сметаны в химический стаканчик, прибавляют 20—30 мл воды, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, прибавляют 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи до не исчезающего в течение 2 мин. заметного розового окрашивания.

Количество миллилитров израсходованного 0,1 N раствора щелочи, пошедшего на нейтрализацию, умножают на 20 и получают кислотность в градусах.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДРУГИХ СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ

Определение белковых веществ, золы и др. ведется аналогично таковому в молоке (стр. 23).

V. ТВОРОГ, ТВОРОЖНАЯ МАССА, СЫРКИ, ТОРТЫ

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ И ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

От каждой партии творога или творожной массы для взятия образцов вскрывают каждое десятое место. Общее количество вскрытых мест должно быть не меньше 10. При партии меньше 10 мест вскрывают каждое место.

Выемку образца производят сухим шупом. Шуп погружают отвесно до дна на расстоянии 5—7 см от стенки кадки.

Для лабораторного исследования из трех мест вынутого шупом столбика массы берется чистым сухим шпателем около 75 г.

От каждой партии сырков отбирают каждое пятидесятое место, а если в партии меньше пятидесяти, то одну. Из отобранных образцов берут 2—5 единиц.

Из отобранных сырков шпателем или маленьким шупом берут среднюю пробу с таким расчетом, чтобы общий вес составлял 200—250 г.

От каждой партии творожных тортов отбирают один-два торта в той упаковке, в которой эти изделия выпускаются. От одного торта отрезают $\frac{1}{4}$ часть его, а от двух по $\frac{1}{8}$ части от каждого.

Перед исследованием с тортов снимаются украшения, а из основной массы берут среднюю пробу в количестве около 250 г.

По поступлении в лабораторию творожные продукты тщательно растирают в фарфоровой ступке и немедленно помещают в чистые сухие банки с притертыми стеклянными или хорошими корковыми пробками.

Образцы цукатных сырков переносят в фарфоровую ступку (лучше небольшими порциями), где шпателем и пинцетом извлекают все куски цукатов, после чего всю массу растирают в ступке пестиком и переносят в банки. Сохранять пробы необходимо на холоде.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

В стаканчик емкостью 100 мл отвешивают на техно-химических весах 5 г подготовленного продукта. Приливают небольшими порциями 50 мл воды, нагретой до 30—40°, тщательно растирают толстой стеклянной палочкой с резиновым наконечником до получения совершенно однородной массы, прибавляют 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи до не исчезающей в течение 1 мин. слабо-розовой окраски. Количество израсходованной на титрование щелочи умножают на 20 и получают кислотность в градусах.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

а) Экспресс-метод при 160—165°

Из фарфорового треугольника, загнув соответствующим образом концы проволоки, делают треножник высотой около 6 см, с таким расчетом, чтобы он поместился на чашке весов.

В небольшую фарфоровую чашку насыпают тонкий слой прокаленного песка, помещают в нее чистую сухую стеклянную палочку и чашку с содержимым взвешивают, ставя на треножник. Затем в нее отвешивают 5 г растертого творожного продукта, тщательно размешивают навеску с песком стеклянной палочкой, обращая внимание на то, чтобы не было потерь творожного продукта или песка. Не вынимая стеклянной палочки, помещают чашку в сушильный шкаф на 20 мин. при температуре 160—165°. Время выдерживания в шкафу и температуру необходимо строго соблюдать.

Вынув чашку из сушильного шкафа и не охлаждая, ставят ее на фарфоровый треугольник, находящийся на чашке весов, и быстро взвешивают. Отвешивание творожного продукта и навешивание после высушивания производят с точностью до 0,01 г. Разность веса чашки до и после высушивания умножают на 20 и получают содержание воды в творожном продукте в процентах.

б) Экспресс-метод нагреванием в парафине

Алюминиевая чашка от специальных масляных весов, употребляющихся для определения воды в масле, помещается на чашку весов и уравнивается (причем рейтеры должны находиться на левой чашке весов). Затем в алюминиевую чашку отвешивается 5 г парафина и 5 г средней пробы продукта. Взяв алюминиевую чашку специальным держателем, выпаривают воду осторожным, при постоянном помешивании, нагреванием на пламени горелки или спиртовки. Вода испаряется с характерным треском и вспениванием массы. Весь процесс испарения воды продолжается около 10 мин.

Прекращение вспенивания и треска и легкое побурение массы показывают окончание испарения воды. Можно применять для установления конца испарения испытание холодным зеркалом. Появление отпотевания на зеркале, установленном над чашкой, показывает, что вода из массы еще не испарилась.

Охладив алюминиевую чашку, ставят ее на правую чашку весов и передвижением рейтеров устанавливают убыль в весе, происшедшую вследствие испарения воды на 5 г продукта. По положению рейтеров устанавливают число, состоящее из целых единиц (положение большого рейтера) и десятых долей единиц (положение малого рейтера). Для получения процентного содержания воды в навеске это число следует умножить на 2.

При взвешивании на обыкновенных весах убыль веса в граммах умножают на 20 и получают процентное содержание воды в продукте.

в) Метод высушивания при температуре 102—105°

В стаканчик с притертой пробкой (бюксу) помещают около 20 г чисто промытого и прокаленного песка и короткую стеклянную палочку. Бюксу с песком и палочкой ставят на 0,5 часа в сушильный шкаф с температурой 102—105°, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г. После этого в бюксу кладут

2—3 г сырковой массы и взвешивают. Затем все тщательно перемешивают с песком и сушат в сушильном шкафу при 102—105° до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,004 г.

Количество воды в процентах определяется по формуле:

$$\frac{(б - в) \cdot 100}{б - а},$$

где: а — вес бюксы без навески,

б — вес бюксы с навеской,

в — вес с навеской после сушки.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) В сливочных бутирометрах

Сливочный бутирометр (см. рис. 75) уравнивают на технико-химических весах и отвешивают в него 2,5 г сырковой массы (или творога). Сняв бутирометр с весов, отмеривают в него 7,5 мл воды, затем осторожно приливают 10 мл серной кислоты плотностью 1,78—1,79 и 1 мл изоамилового спирта. Бутирометр закрывают резиновой пробкой, ставят в водяную баню при 65° и через каждые 2 мин. встряхивают для ускорения растворения белков, повторяя встряхивание до полного растворения белков. Потом центрифугируют 5 мин. при 900—1000 об./мин., нагревают в бане при температуре 65° 5 мин. и отсчитывают столбик жира. Результат отсчета, умноженный на 2, дает процентное содержание жира в исследуемом продукте.

б) В продуктовом бутирометре

В стаканчик бутирометра (см. рис. 77) на технико-химических весах отвешивают 2,5 г сырковой массы или творога, не заталкивая сильно массу в стаканчик (иначе растворение белков идет очень медленно). После этого стаканчик с пробкой вставляют в бутирометр и через верхнее отверстие его наливают 10 мл воды, приблизительно 12 мл (до деления 50 на шейке бутирометра) серной кислоты плотностью 1,820—1,825 и 1 мл изоамилового спирта.

Бутирометр закрывают пробкой, сильно встряхивают, стараясь вытряхнуть сырок из стаканчика в резервуар бутирометра, и ставят в воду, нагретую до 65°. Через каждые 1—2 мин. бутирометр встряхивают для ускорения растворения сырка, повторяя эту операцию до тех пор, пока сырок полностью не растворится. Центрифугируют 5 мин., нагревают на водяной бане при 65° в течение 4—5 мин. и отсчитывают величину столбика жира. Умножая результат отсчета на 2, получают процент жира в исследуемом продукте.

Определение жира в сырковой массе или твороге можно вести, применяя серную кислоту плотностью 1,55. Кислоту наливают (после отвешивания творога) до $\frac{3}{4}$ бутирометра. Бутирометр ставят в баню при температуре 70—80°, взбалтывают до растворения белков, после

этого доливают его серной кислотой той же плотности до середины шкалы, прибавляют 1 мл изоамилового спирта, закрывают верхнее отверстие пробкой, взбалтывают, ставят в баню при 65° на 3 мин. и центрифугируют. Дальше поступают, как обычно.

в) В молочном бутирометре

В бутирометр для определения жира в молоке отвешивают 2 г творожной массы, стараясь, чтобы творог не попал в узкую часть бутирометра. Приливают 9 мл воды, 10 мл серной кислоты плотностью 1,820—1,825 и 1 мл изоамилового спирта, закрывают резиновой пробкой, встряхивают, ставят в горячую воду, нагретую до 65—70°, продолжая время от времени встряхивать бутирометр, пока масса не растворится. По ее растворении бутирометр центрифугируют в течение 5 мин., ставят в горячую воду на 4—5 мин., центрифугируют вторично, после чего ставят в воду при 65° на 5 мин. и производят отсчет столбика жира. Умножив полученное число на 5,5, находят процент содержания жира.

При большом количестве жира (жирный творог, сырки) определение производят в продуктовом или сливочном бутирометре.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

а) С озолением продукта

В фарфоровом тигле емкостью около 20 мл отвешивают с точностью до 0,01 г 2—3 г творожных продуктов и высушивают в сушильном шкафу при постепенном повышении температуры до 120—140°. Высушенную массу в тигле осторожно обугливают на горелке или электрической плитке, не допуская потерь продукта. По окончании выделения дыма нагревание усиливают.

Обуглившуюся массу выщелачивают не менее 5 раз горячей водой, разминая каждый раз уголь стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Вытяжку фильтруют в коническую колбу, фильтр промывают 3 раза водой (до отрицательной реакции на Cl).

Полученный фильтрат титруют 0,1 N раствором AgNO_3 , применяя как индикатор 0,5 мл 10%-ный раствор K_2CrO_4 .

Процентное содержание поваренной соли в продукте находят по формуле:

$$C = \frac{v \cdot 0,00585 \cdot 100}{a},$$

где: а — навеска творожного продукта,

в — количество мл 0,1 N раствора AgNO_3 ,

0,00585 — количество г NaCl, соответствующее 1 мл 0,1 N раствора AgNO_3 .

б) Без озоления продукта

К навеске продукта около 5 г, отвешенного в химический стаканчик с точностью до 0,01 г, приливают 50 мл горячей (90°) дистил-

лированной воды и хорошо растирают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Потом массу без потерь переносят в мерную колбу на 100 мл, смывая остатки в стаканчике дистиллированной водой. Содержимое колбы охлаждают до 20° и доливают дистиллированной водой до метки. Колбу закрывают пробкой, хорошо перемешивают и фильтруют через сухой фильтр. При получении мутного раствора фильтрацию повторяют.

Из полученного таким образом фильтрата берут пипеткой 50 мл и титруют 0,1 N раствором AgNO_3 , применяя индикатор 0,5 мл 10%-ного раствора K_2CrO_4 .

Процентное содержание поваренной соли в продукте находят по формуле пункта «а», умножая полученный результат на 2, так как для титрования было взято 50 мл фильтрата из 100 мл раствора.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

Отвешивают 10 г сырка или сладкой творожной массы, растирают в ступке с небольшим количеством теплой воды и полученную смесь переносят в мерную колбу емкостью 500 мл, промывая несколько раз ступку теплой водой и сливая промывные воды в ту же колбу; прибавляют в колбу дистиллированной воды приблизительно 300 мл и 10 мл раствора Фелинга № 1 (реактив 15), 4 мл 1,0 N раствора едкого натра и 20 мл насыщенного на холоду раствора фтористого натрия (прибавление фтористого натрия не обязательно). Дополняют водой колбу до метки, взбалтывают, дают отстаиваться в течение 0,5 часа и фильтруют через сухой складчатый фильтр. Дальше поступают, как это описано на стр. 233. Для определения сахара после инверсии берут 25 мл фильтрата, а для определения сахара до инверсии 50 мл. Тогда количество миллиграммов меди, восстановленной свекловичным сахаром, содержащимся в 25 мл фильтрата, определяют по формуле:

$$M = \left(a - \frac{b}{2} \right) K,$$

где: M — количество мг меди,
 a — количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование, 25 мл фильтрата после инверсии,
 b — количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование, 50 мл фильтрата до инверсии,
 K — титр KMnO_4 (в мг меди).

Перечисление количества меди на соответствующее количество миллиграммов сахара производят по таблице (приложение XI).

Процентное содержание сахара вычисляют по формуле:

$$c = \frac{B \cdot 100}{0,5 \cdot 1000},$$

где: s — процентное содержание сахара,
 B — содержание свеκловичного сахара (в мг) найденное по таблице,
 $0,5$ — количество сырка (в г) в 25 мл фильтрата.

После проведения в этой формуле сокращения она принимает вид: $S = \frac{B}{5}$, т. е. для вычисления процентного содержания сахара количество свеκловичного сахара (в мг), найденное по таблице, делят на 5.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИСУТСТВИЯ САХАРИНА

Высушенную навеску творожной массы или сырка, служившую для определения воды (стр. 223), трижды обрабатывают безводным серным эфиром, беря на каждую обработку по 8 мл эфира; последний каждый раз сливают в фарфоровую чашку, а потом досуха выпаривают на водяной бане.

К остатку прибавляют несколько капель 1%-ного раствора соды и пробуют на вкус. Сладкий вкус указывает на присутствие сахараина.

VI. СУХОЙ ТВОРОГ

Определение процента воды, кислотности, жира производят так же, как в твороге.

Восстанавливаемость. В химический стакан отвешивают 20 г сухого обезжиренного творога, наливают 50 мл дистиллированной воды и оставляют стоять при комнатной температуре в течение не более 36 час., со сменой воды не менее 2 раз в день. Творог высшего сорта восстанавливается в течение не более 24 час., I сорта — не дольше чем через 36 час. Творог после восстановления должен иметь творожистую консистенцию, легко растирающуюся. По истечении срока для восстановления определяют вкус, запах, цвет и консистенцию творога.

МОЛОЧНЫЕ КОНСЕРВЫ

I. ОТБОР ПРОБ

От каждой партии молочных консервов, расфасованных в крупные и мелкие жестяные банки отбирают 3% ящиков, из которых берут 4—6 банок (по 2 банки от варки).

От каждой партии молочных консервов, упакованных в бочки или барабаны вскрывают 3% упаковок, но не более 3-х мест от каждой варки или сушки. Для химического анализа из отобранных мест берут пробу в количестве 500 г для сгущенных продуктов и 200 г для сухих. Взятые пробы помещают в чистые сухие банки с притертыми пробками или с плотно входящими резиновыми пробками.

II. СГУЩЕННОЕ МОЛОКО С САХАРОМ

1. ВЗЯТИЕ ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

Правильное взятие проб является особенно важным моментом при исследовании сгущенных молочных консервов с сахаром, так как нередко на дне банок и бочек образуется плотный осадок выкристаллизовавшегося молочного сахара. При недостаточном перемешивании средняя проба будет взята неправильно и данные анализа будут получены с повышенным процентным содержанием влаги и пониженным — молочного сахара. Из крупной тары (10- и 25-килограммовых банок и бочек) пробы для анализа берут следующим образом.

После вскрытия банки тщательно перемешивают содержимое большой ложкой или деревянной лопаткой, доходящей до дна банки. Особенно тщательно следует размешивать продукт, если на дне обнаруживается уплотнившийся осадок молочного сахара. После получения вполне однородной массы отбирают пробу для анализа ложкой или пробником. Из бочки правильно взять пробу можно только

вскрыв ее и перемешав содержимое деревянным веслом, доходящим до дна. После перемешивания пробу берут пробником из двух-трех мест бочки.

2. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

Отобранные пробы сгущенного молока перед исследованием подвергают внешнему осмотру. Иногда обнаруживается наличие отдельных крупных кристаллов свекловичного сахара. В этом случае содержимое банок полностью переносят в большую ступку, в которой пестиком осторожно растирают кристаллы до получения вполне однородной массы, после чего сгущенное молоко переносят обратно в банку с притертой или резиновой пробкой.

Прежде чем приступить к исследованию, банки со средней пробой помещают в воду, нагретую до $30-35^{\circ}$, и хорошо перемешивают ложкой или шпателем до получения гомогенной массы. После этого готовят разводку сгущенного молока, которая потом идет на все определения. Для этого 100 г сгущенного молока отвешивают с точностью до 0,1 г в стеклянном стаканчике емкостью 250—300 мл. Растворяют сгущенное молоко в 100 мл дистиллированной воды температуры 60° и переводят раствор без потерь в мерную колбу емкостью 250 мл, смывая стакан теплой дистиллированной водой. Раствор охлаждают под краном до 20° и доводят до метки дистиллированной водой, имеющей температуру 20° . Закрыв колбу пробкой, перемешивают раствор. Если после этого на поверхности жидкости выделяется жир, рекомендуется приготовить новую пробу, взяв для растворения воду с температурой $35-40^{\circ}$, или вести все определения не из разводки, а беря каждый раз отдельную навеску хорошо перемешанного сгущенного молока.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

а) Весовой метод

В широкую низкую бюксу емкостью 45—50 мл насыпают около 30 г чистого прокаленного песка и туда же помещают короткую стеклянную палочку. Бюксу с песком ставят на 0,5 часа в сушильный шкаф при температуре 105° , затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

10 мл приготовленной разводки сгущенного молока (соответствует 4 г сгущенного молока) вливают во взвешенную бюксу, последнюю помещают на кипящую водяную баню и при помешивании стеклянной палочкой выпаривают жидкость до получения рассыпающейся массы. После этого бюксу с подсушенным сгущенным молоком помещают в сушильный шкаф, где продолжают высушивание при $102-105^{\circ}$ в течение 2 час. Затем, закрыв бюксу крышкой, охлаждают в эксикаторе в продолжение 25—30 мин. и взвешивают. После первого взвешивания бюксу снова помещают в сушильный шкаф при той же температуре на час, охлаждают, взвешивают. Если убыль в весе между двумя последними взвешиваниями не превышает

0,004 г, то на этом высушивание заканчивается. В противном случае бюксу снова помещают в сушильный шкаф и продолжают высушивание до тех пор, пока разница между двумя смежными взвешиваниями не будет больше 0,004 г.

Процентное содержание влаги определяется по формуле:

$$X = \frac{B - A}{B} \cdot 100,$$

где: X — процентное содержание воды в сгущенном молоке,
A — вес бюксы со сгущенным молоком после высушивания,
B — вес бюксы со сгущенным молоком до высушивания,
B — вес сгущенного молока в 10 мл разводки (4 г).

При определении только процентного содержания воды берут отдельную навеску неразведенного сгущенного молока. В этих случаях в подготовленную и взвешенную, как указано выше, бюксу вносят около 4—5 г хорошо перемешанного неразведенного сгущенного молока и, закрыв бюксу крышкой, взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Затем, поместив бюксу со сгущенным молоком в водяную баню, добавляют около 5 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают содержимое бюксы до получения однородной массы и дальше поступают так, как было указано выше. Процентное содержание воды находят по указанной выше формуле.

б) Экспресс-метод

В алюминиевую чашку, на дно которой положен пергаментный кружок (для облегчения очистки чашки после работы), помещают около 8 г промытого и прокаленного песка или прокаленной порошкообразной пемзы, 5 г безводного парафина и стеклянную палочку. Взвешивают чашку с содержимым с точностью до 0,01 г и туда же отвешивают 5 г сгущенного молока. Чашку помещают над пламенем горелки или на электрическую плитку и, помешивая палочкой, выпаривают воду. Конец выпаривания определяют по прекращению вспенивания и потрескивания, легкому побурению массы и появлению газов. После этого чашку охлаждают, взвешивают и определяют процентное содержание по формуле:

$$x = (a - б) \cdot 20,$$

где: x — процентное содержание воды,
a — вес чашки с навеской сгущенного молока до выпаривания воды,
б — вес чашки с сгущенным молоком после выпаривания.

При взвешивании на специальных весах (рис. 84) нужно цифру потерь в весе, отсчитанную по делениям, на которых висят разновески, умножить на 2, — тогда получают цифру, показывающую процентное содержание воды в сгущенном молоке.

в) Рефрактометрический метод

Процентное содержание воды рефрактометром определяют обычно для установления конца сгущения молока в вакуумаппарате, хотя этим методом можно пользоваться и для определения процентного содержания воды в готовой продукции. Метод дает хорошие результаты при условии его точного соблюдения и правильном взятии проб.

Пробу сгущенного молока непосредственно из вакуумаппарата отбирают в имеющийся при вакуумаппарате специальный цилиндр. Первые порции сгущенного молока, в количестве 200—300 мл, которые могут содержать воду, оставшуюся в кране вакуумаппарата, сливают отдельно и для исследования не используют. Из последующей порции, выпущенной из вакуумаппарата, берут в две маленькие пробирки по 0,5—1 мл сгущенного молока. Пробирки немедленно закрывают пробочками с пропущенными через них тонкими оплавленными стеклянными палочками, доходящими до дна пробирки. Пробирки помещают для охлаждения на 30 сек. в стакан с водой, имеющей температуру около 20°, и после перемешивания палочкой каплю сгущенного молока наносят на поверхность нижней призмы рефрактометра, как это указано при рефрактометрическом определении сахара в цельном молоке (стр. 43).

Отсчет показаний рефрактометра производят при 20° по правой шкале, которая показывает процент сухого остатка. Для определения процентного содержания воды полученную цифру вычитают из 100.

При определении процентного содержания воды в готовом продукте подготовку пробы для рефрактометрического определения несколько видоизменяют, исходя из того, что в приготовленном сгущенном молоке после охлаждения через некоторое время выпадают мелкие кристаллы молочного сахара. Если рефрактометрировать такое сгущенное молоко, то процентное содержание воды в нем будет завышенным вследствие того, что концентрация водного раствора сухих веществ в сгущенном молоке понижена (нерастворимость молочного сахара). Поэтому перед рефрактометрированием сгущенного молока необходимо перевести кристаллы молочного сахара в раствор, для чего около 30 г хорошо перемешанного сгущенного молока помещают в широкую короткую пробирку с резиновой пробкой и пропущенным через нее термометром. Закрыв пробирку пробкой так, чтобы термометр был погружен в сгущенное молоко, опускают ее в воду при температуре 75—80° до уровня пробки, и когда температура в сгущенном молоке поднимается до 70—75°, выдерживают его при этой температуре 0,5 часа. Во время нагревания пробирку время от времени переворачивают для перемешивания сгущенного молока. По истечении 0,5 часа пробирки с сгущенным молоком вынимают из горячей воды и помещают в холодную воду, где их оставляют в покое, не встряхивая, пока сгущенное молоко не примет температуру 20°.

При температуре 20° держат 3—5 мин., после чего, перемешав сгущенное молоко, переносят каплю его на нижнюю призму рефрактометра и далее поступают, как указано при определении процентного содержания сахара в молоке. Отсчет производят при температуре 20° по правой шкале, показывающей процентное содержание сухого вещества в сгущенном молоке. Процентное содержание влаги находят, вычитая полученную цифру из 100.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

Процентное содержание сухого остатка находят вычитанием из 100 процента воды:

$$C = 100 - B,$$

где: C — процентное содержание сухого остатка,
B — процентное содержание воды.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) Весовой метод

Определение процентного содержания жира производят также, как в цельном молоке, беря для извлечения жира 10 мл хорошо перемешанной разводки сгущенного молока (стр. 22).

Полученное количество жира в 10 мл разведенного сгущенного молока перечисляют на 100 г сгущенного молока (в весовых %) умножением на 25, так как в 10 мл разведенного сгущенного молока содержится 4 г сгущенного молока.

б) Бутирометрический метод

В молочный бутирометр отмеривают пипеткой 10 мл серной кислоты (плотностью 1,815—1,820), 11 мл разводки сгущенного молока и 1 мл изоамилового спирта. Далее ведут определение так же, как и в цельном молоке. Отчитанную в бутирометре цифру показание содержания жира умножают на 2,5, (разбавление сгущенного молока) и получают процентное содержание жира в сгущенном молоке.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО И МОЛОЧНОГО САХАРОВ

Приготовление фильтрата

25 мл разведенного сгущенного молока вносят пипеткой в мерную колбу емкостью 500 мл, приливают 200 мл воды, прибавляют для осаждения белков 10 мл раствора медного купороса (раствор Фелинга № 1, реактив 15) и 4 мл 1 N раствора NaOH. Взбалтывают, доливают водой до метки и, снова тщательно размешав, оставляют стоять 0,5 часа, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) Иодометрический метод

а) 25 мл фильтрата вносят пипеткой в коническую колбу емкостью 250—300 мл и, закрыв колбу пробкой с пропущенным через нее термометром так, чтобы шарик термометра находился в жидкости, нагревают на водяной бане до 68—70°. Затем нагретый раствор инвертируют, для чего, приоткрыв пробку, прибавляют 2,5 мл разбавленной соляной кислоты (120 мл концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19, разбавленной до 200 мл), перемешивают и держат на водяной бане при температуре 68—70° ровно 10 мин., после чего быстро охлаждают (под краном) до 20°. Прибавив каплю 0,1%-ного раствора метилоранжа, нейтрализуют кислоту, добавляя по каплям 1 N раствор NaOH и, тщательно перемешивая жидкость в колбе, доводят до слабо кислой реакции.

После этого вносят в колбу пипеткой 25 мл 0,1 N раствора J и, при непрерывном перемешивании, из бюретки 37,5 мл 0,1 N раствора NaOH; закрыв колбу притертой пробкой, оставляют стоять в темном месте 20 мин. Потом в колбу прибавляют 8 мл 0,5 N раствора HCl и титруют выделившийся иод 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в присутствии 1%-ного раствора крахмала, как индикатора. Титрование сначала ведут без индикатора до получения светложелтой окраски. Затем прибавляют 1 мл раствора крахмала и продолжают титрование.

В конце титрования от 1 капли $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ синий цвет раствора переходит в бледнорозовый, обусловленный метилоранжем.

б) К другим 25 мл того же фильтрата в конической колбе прибавляют 25 мл 0,1 N раствора иода и 37,5 мл 0,1 N раствора NaOH теми же пипеткой и бюреткой, которыми пользовались при определении сахара в инвертированном растворе (пункт «а»), оставляют раствор на 20 мин. в темном месте и после этого избыток иода оттитровывают 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, как указано в пункте «а».

Разность между количеством миллилитров $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование после инверсии и до инверсии, умноженная на 17,1, равна количеству сахарозы в миллиграммах в навеске сгущенного молока, соответствующей 25 мл фильтрата, т. е. в данном случае — в 500 мг сгущенного молока.

Процент сахарозы определяют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100}{500} = a \cdot 0,2,$$

где: X — процент сахарозы в сгущенном молоке,

а — найденное количество сахарозы (в мг) в 25 мл фильтрата.

Найденное количество сахарозы уменьшают на величину в 1% от найденного количества; тогда получают более правильную цифру содержания сахарозы в сгущенном молоке. Например, найдено по

формуле 45% сахарозы, 1% от этого числа будет 0,45; следовательно, процентное содержание сахарозы в сгущенном молоке будет: $45 - 0,45 = 44,55$.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОГО САХАРА

К 25 мл 0,1 N раствора иода добавляют 37,5 мл 0,1 N раствора NaOH, оставляют на 20 мин. в темном месте и титруют 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Разность между количеством миллилитров $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование иода, и количеством миллилитров $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование раствора сахара без инверсии (см. выше «Определение свекловичного сахара, пункт «б»), умноженная на 18,01, дает количество молочного сахара в миллиграммах в навеске сгущенного молока, соответствующей 25 мл фильтрата:

$$X = \frac{b \cdot 100}{500} = b \cdot 0,2,$$

где: X — процентное содержание молочного сахара в сгущенном молоке,

b — найденное количество молочного сахара (в мг) в 25 мл фильтрата,

500 — навеска сгущенного молока (в мг), соответствующая 25 мл фильтрата.

Уменьшив полученную величину на 3%, получают действительное содержание молочного сахара в сгущенном молоке.

Например, получено 12% молочного сахара, 3% от 12 составляют 0,36%; содержание молочного сахара в сгущенном молоке с поправками будет: $12 - 0,36 = 11,64\%$.

б) Объемный метод

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

10 мл фильтрата сгущенного молока (стр. 228) вносят в коническую колбу емкостью 200—250 мл и, добавив 1 мл соляной кислоты, инвертируют, как при иодометрическом методе. К нейтрализованному до слабокислой реакции раствору прибавляют по 25 мл 1-го и 2-го растворов Фелинга. Жидкость кипятят ровно 6 мин., считая с момента закипания. Выпадает красный осадок закиси меди. Далее поступают, как описано на стр. 50.

Одновременно с этим определением проводят второе определение, без инверсии, для чего в другую коническую колбу, емкостью 250 мл, помещают 50 мл фильтрата разведенного сгущенного молока (стр. 228), прибавляют по 25 мл 1-го и 2-го раствора Фелинга, смесь кипятят ровно 6 мин., считая с момента закипания жидкости, и далее определяют сахар, как описано выше на стр. 50.

Для проверки качества фелинговых растворов ставят холостую пробу, отмеривая в эрленмейеровскую колбу емкостью 250 мл по 25 мл 1-го и 2-го раствора Фелинга, жидкость кипятят ровно 6 мин. и затем фильтруют. Если на фильтре замечается красный осадок закиси меди, то его растворяют раствором железо-аммиачных квасцов или сернокислой окиси железа и титруют раствором KMnO_4 , как указано для основной пробы.

Если холостая проба на фильтре осадка закиси меди не дает, то количество меди, которое получилось из 10 мл фильтрата сгущенного молока, находят по формуле:

$$x = \left(a - \frac{b}{5} \right) \cdot k, \quad (1)$$

где: x — мг меди, соответствующее 10 мл фильтрата,

a — количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование инвертированной пробы,

b — количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование не инвертированной пробы,

k — титр KMnO_4 (в мг меди).

Если холостая проба дала красный осадок закиси меди, то количество миллиграммов меди, которое получилось из 10 мл фильтрата раствора сгущенного молока, находят по формуле:

$$x = \left(a - \frac{b + 4v}{5} \right) \cdot k, \quad (2)$$

где: x , a , b — те же величины, что в формуле 1,

v — количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование холостой пробы.

Определение процентного содержания свекловичного сахара производится по табл. 36.

в) Метод поляризации

Для определения сахара методом поляризации необходим сахариметр, который представляет из себя оптический прибор, состоящий из следующих частей (рис. 80): S — корпуса, в котором поме-

* Формула (2) выводится на основании следующих соображений: количество мл KMnO_4 , пошедших на титрование инвертированной пробы, равняется $a - v$, неинвертированной пробы $\frac{b - v}{5}$, откуда разность между титрованием инвертированной и не инвертированной проб будет:

$$(a - v) - \frac{b - v}{5} = a - v - \frac{b}{5} + \frac{v}{5} = a - \frac{4v}{5} - \frac{b}{5} = a - \frac{b + 4v}{5}.$$

щается анализатор — призма Николя, двойная кварцевая компенсация и диафрагма анализатора; F — зрительной трубки-окуляра. Над окуляром находится наблюдательная трубка M для отсчета делений шкалы; J — заслонки, под которой находится отверстие для установки шкалы; A — рабочего винта, вращением которого передвигается шкала; C — камеры для поляризационной трубки; P — части, где помещается поляризатор; B — светофильтра (трубки с раствором $K_2Cr_2O_7$ определенной концентрации *).

Перед началом работы производят (если не каждый раз, то возможно чаще) проверку правильности показания поляриметра. Для этого поляризационную трубку (рис. 81) наполняют профильтрованной дистиллированной водой, имеющей температуру 20° , закрывают трубку стеклом и завинчивают гайку, не надавливая сильно на стекло во избежание деформации стекла. В трубке не должны оставаться пузырьки воздуха. Помещают трубку в прибор, закрывают камеру с трубкой крышкой и производят наблю-

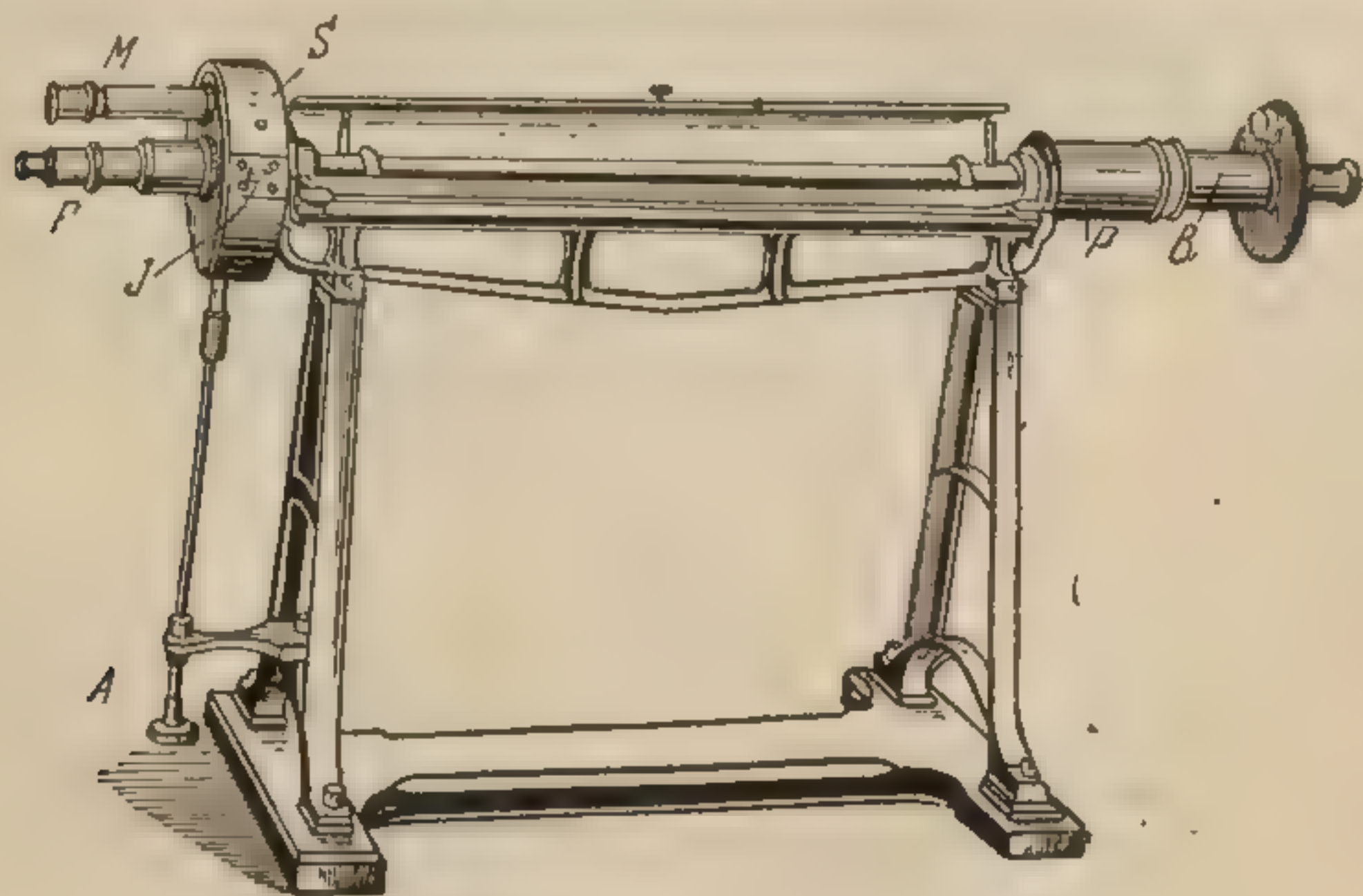


Рис. 80. Поляриметр (сахариметр)

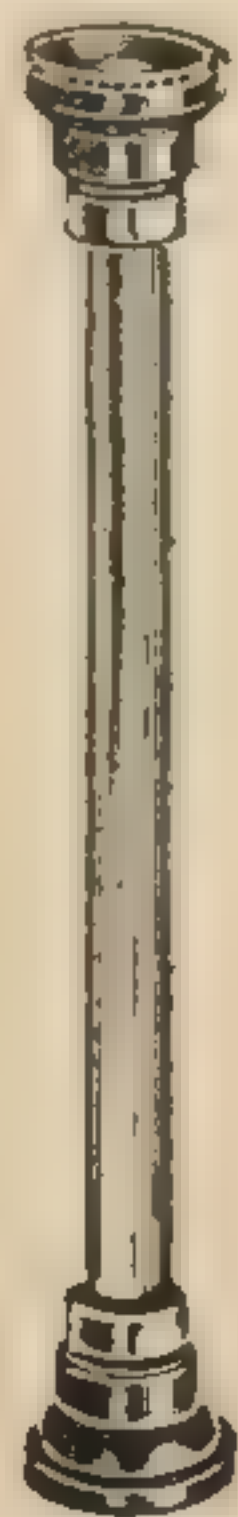


Рис. 81. Поляризационная трубка

дение. Прежде всего движением и выдвиганием трубки F устанавливают ясность поля зрения, затем поворачивая вправо и влево винт A, добиваются положения, при котором поле зрения представляется в виде светлого равномерно затененного кружка, после чего производят отсчет нулевого положения по шкале, наблюдая в трубку M. При правильном показании поляриметра нулевые деления шкалы и нониуса совпадают. Если совпадения не наблюдается, то производят регулировку шкалы винтом через отверстие J.

Удостоверившись в правильности показаний поляриметра, приступают к определению количества сахара.

* Концентрация раствора $K_2Cr_2O_7$ должна равняться частному от деления 9 на длину столбика раствора $K_2Cr_2O_7$. Для сахариметров ЦНИЛКИП применяется 3 %-ный раствор $K_2Cr_2O_7$.

Таблица 36

Пересчет мг меди полученных при титровании 10 мл фильтрата, на процентное содержание свекловичного сахара

Медь (в мг)	Сахар (в %)	Медь (в мг)	Сахар (в %)	Медь (в мг)	Сахар (в %)
165,0	41,31	173,0	43,37	181,0	45,41
165,2	41,37	173,2	43,42	181,2	45,46
165,4	41,43	173,4	43,48	181,4	45,52
165,6	41,49	173,6	43,53	181,6	45,58
165,8	41,54	173,8	43,59	181,8	45,64
166,0	41,59	174,0	43,65	182,0	45,70
166,2	41,64	174,2	43,70	182,2	45,75
166,4	41,69	174,4	43,76	182,4	45,79
166,6	41,74	174,6	43,81	182,6	45,84
166,8	41,79	174,8	43,87	182,8	45,88
167,0	41,84	175,0	43,92	183,0	45,93
167,2	41,89	175,2	43,97	183,2	45,97
167,4	41,94	175,4	44,02	183,4	46,02
167,6	41,99	175,6	44,07	183,6	46,07
167,8	42,04	175,8	44,13	183,8	46,12
168,0	42,09	176,0	44,18	184,0	46,17
168,2	42,14	176,2	44,23	184,2	46,22
168,4	42,19	176,4	44,27	184,4	46,28
168,6	42,24	176,6	44,32	184,6	46,33
168,8	42,29	176,8	44,37	184,8	46,38
169,0	42,34	177,0	44,41	185,0	46,43
169,2	42,44	177,2	44,46	185,2	46,48
169,4	42,44	177,4	44,51	185,4	46,54
169,6	42,49	177,6	44,56	185,6	46,60
169,8	42,54	177,8	44,60	185,8	46,65
170,0	42,59	178,0	44,65	186,0	46,70
170,2	42,64	178,2	44,70	186,2	46,75
170,4	42,69	178,4	44,74	186,4	46,80
170,6	42,74	178,6	44,79	186,6	46,85
170,8	42,79	178,8	44,84	186,8	46,91
171,0	42,84	179,0	44,89	187,0	46,96
171,2	42,89	179,2	44,93	187,2	47,01
171,4	42,94	179,4	44,98	187,4	47,07
171,6	42,99	179,6	45,04	187,6	47,13
171,8	43,04	179,8	45,10	187,8	47,18
172,0	43,09	180,0	45,16	188,0	47,24
172,2	43,15	180,2	45,21	188,2	47,29
172,4	43,20	180,4	45,26	188,4	47,35
172,6	43,25	180,6	45,31	188,6	47,40
172,8	43,31	180,8	45,36	188,8	47,46
				189,0	47,51

Раствор для поляризации готовят следующим образом:
• 50 г сгущенного молока отвешивают в химическом стакане и переводят без потерь кипящей водой (во избежание мультиротации) в мерную колбу емкостью 250 мл. После охлаждения до 20° прибавляют 10 мл основного уксуснокислого свинца (реактив 54), взбалтывают и для осаждения избытка свинца приливают 5 мл насыщенного раствора фосфорнокислого натрия Na_2HPO_4 , мерную колбу доливают водой до метки и после взбалтывания жидкость фильтруют в сухую колбу.

После этого берут две мерные колбы на 100 мл и отмеривают в них по 75 мл прозрачного фильтрата. Затем в одну из колб прибавляют небольшое количество (на кончике ножа) гидрата окиси алюминия, доливают до метки водой и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу.

Во вторую колбу прибавляют 5 мл HCl плотностью 1.19 и, опустив в колбу термометр, инвертируют раствор на водяной бане при 68—70° (температура самого раствора) ровно 5 мин. Раствор в колбе быстро охлаждают в струе воды, дополняют до метки водой и фильтруют так же, как первый раствор.

В полученных таким образом растворах определяют величину поляризации. Для этого чистую, сухую поляризационную трубку наполняют первым приготовленным раствором, имеющим температуру 20°. Трубку с раствором вкладывают в поляриметр и производят отсчет. Вследствие оптического действия раствора сахара поле зрения поляриметра не представляет теперь картину равномерно затененного кружка, а одна половина кружка затенена более сильно, другая менее, при этом резко выступает вертикальная граница, разделяющая поле зрения на две части. Поворотом винта А в ту и другую сторону добиваются получения равномерного освещения поля зрения, после чего отсчитывают показания шкалы, пользуясь нониусом. Для этого определяют положение нулевой точки нониуса в отношении делений шкалы. Если нуль нониуса остановился между двумя делениями шкалы, то берут меньше число, и это будет целым числом отсчета шкалы; затем смотрят вправо от нуля нониуса, находят деление, которое совпадает с каким-либо делением шкалы, — это число деления дает десятые части отсчета шкалы. Измерение производят 3—4 раза и из них берут среднее.

Такое же определение величины поляризации проводят со вторым раствором.

Процентное содержание сахара в сахариметре находят по формуле:

$$S = 1,2633 (p - i),$$

где: S — процент содержания сахара,
 p — показание шкалы сахариметра при поляризации раствора до инверсии,

i — показание шкалы сахариметра при поляризации раствора после инверсии,
1,2633 — постоянный коэффициент, в котором учтена поправка на осадок.

Поправку на осадок в результате прибавления свинцового уксуса для осаждения белков можно определить, применяя метод двойного разбавления. Для этого берут половину прежней навески сгущенного молока: 25 г переносят в мерную колбу объемом в 250 мл, прибавляют половину количества осадителя, т. е. 5 мл основного уксуснокислого свинца, дополняют водой до метки и фильтруют. Объем осадка в последнем случае должен быть вдвое меньше осадка, полученного при осаждении 50 г сгущенного молока 10 мл основного уксуснокислого свинца. Затем берут 75 мл фильтрата в мерную колбу на 100 мл, прибавляют немного гидрата окиси алюминия, доливают водой до метки, фильтруют. Фильтрат поляризуют, как раньше (стр. 237), — получают величину p^1 (для двойного разбавления).

Объем выпавшего осадка определяют по формуле:

$$x = \frac{250 (p - 2p^1)}{p - p^1} \quad (1)$$

где: p — показание сахариметра в первом растворе,
 p^1 — показание сахариметра при двойном разбавлении.

Пример. Если $p = 30,9$, $p^1 = 15,2$, то:

$$x = \frac{250 (30,9 - 30,4)}{30,9 - 15,2} = 8,0$$

8,0 мл занимает объем осадка и, таким образом, содержащаяся в 50 г сгущенного молока сахара растворена не в 250 мл, а в $250 - 8 = 242$ мл фильтрата.

В поляризуемом растворе, приготовленном разбавлением 75 мл этого фильтрата до 100 мл объема водой, содержится

$$\frac{75 \cdot 50}{242} = 15,496 \text{ г}$$

сгущенного молока.

Содержание свекловичного сахара (сахарозы) в сгущенном молоке в процентах, согласно формуле Клержет-Герцфельда, будет:

$$S = \frac{100 (p - i)}{142,66 - 0,5 t} \cdot \frac{26}{a} \quad (2)$$

где: S — процентное содержание сахара в сгущенном молоке,
 p — показание сахариметра до инверсии,
 i — показание сахариметра после инверсии,
 a — количество сгущенного молока (в г) в 100 мл, поляризуемого раствора (в нашем примере равное 15,496 г сгущенного молока),
 t — температура раствора.

Однако при определении объема осадка методом двойного разведения не всегда получаются хорошие результаты, и метод этот требует много времени. Вполне удовлетворительные данные можно иметь, пользуясь постоянной поправкой на объем осадка. Сгущенное молоко в среднем содержит 8,7% жира и 9,0% белков. 1 г жира занимает объем 1,075 мл, а 1 г белков — 0,8 мл. Объем осадка или нерастворяющее пространство в 50 г сгущенного молока будет составлять:

$$\frac{8,7 \cdot 1,075 + 9,0 \cdot 0,8}{2} = 8,282 \text{ мл,}$$

а растворяющее пространство — $250 - 8,282 = 241,718$, и в 75 мл фильтрата, взятого для поляризации, будет содержаться сахар как бы не из 15 г сгущенного молока, а из 15,514 г;

тогда:

$$S = \frac{100 (p - i) \cdot 26}{(142,66 - 0,5 i) \cdot 15,514}.$$

При температуре 20° формула принимает вид:

$$S = \frac{100 \cdot 26}{132,66 \cdot 15,514} (p - i);$$

переменными величинами в этой формуле являются p и i :

$$\frac{100 \cdot 26}{132,66 \cdot 15,514} = 1,2633$$

и формула принимает вид:

$$S = 1,2633 (p - i).$$

По окончании работы раствор из трубки выливают, трубку промывают чистой водой. Если имеется мутноватость на стенках трубки, то ее промывают сначала слабым раствором уксусной кислоты и затем дистиллированной водой. Высушивают трубку, проталкивая деревянной палочкой небольшие комочки фильтровальной бумаги.

Работа с поляриметром проводится в темноте, температура помещения должна быть близкой к 20° .

Сущность метода. Поляриметрическое определение сахаров основано на способности сахарного раствора вращать плоскость поляризации. Угол вращения плоскости поляризации пропорционален концентрации раствора сахара и толщине слоя, через который проходит поляризованный луч.

Для измерения вращения плоскости поляризации служат приборы, называемые поляриметрами; они имеют круговую шкалу, и при работе с ними определяют угол вращения раствора, по которому, зная удельное вращение вещества, находят его концентрацию. Работа с поляриметром требует монохроматического света (натриевое пламя). Более удобными являются приборы сахариметры, при работе с которыми можно пользоваться обычным белым светом. Сахариметры имеют эмпирическую шкалу, на которой нанесены цифры, указывающие процентное содержание сахара в растворителе. 1° шкалы при длине трубки в 200 мм соответствует раствору, содержащему в 100 мл 0,26 г сахарозы.

Основная формула поляриметрии:

$$\alpha = [\alpha] \cdot l \cdot \frac{c}{100},$$

где: α — найденный угол вращения плоскости поляризации в дугowych градусах,

$[\alpha]$ — удельное вращение в дугowych градусах,

l — длина трубки (в дм),

c — концентрация раствора (количество граммов сахара в 100 мл).

При нормальной концентрации сахара ($c = 26$), длине трубки в дециметрах, равной 2, удельном вращении сахарозы $66,67^*$:

$$\alpha = 66,67 \cdot 2 \cdot \frac{26}{100} = 34,6^\circ \text{ (дугowych), что соответствует } 100^\circ \text{ эмпирической шкалы.}$$

* Удельное вращение сахарозы при $20^\circ + 66,67$.

• • инвертного сахара при $20^\circ - 20,59$.

• • лактозы при $20^\circ + 42,5$.

Вводя последнюю величину в основную формулу множителем, получаем угол вращения плоскости поляризации в градусах эмпирической шкалы:

$$\alpha_1 = [\alpha] \cdot 1 \cdot \frac{c}{100} = 2,89,$$

где α_1 — вращение плоскости поляризации в градусах эмпирической шкалы.

Таким образом, 1° эмпирической шкалы равен $0,346^\circ$ дуговых, и наоборот, 1° дуговой = $2,89^\circ$ эмпирической шкалы.

В результате инверсии вследствие присоединения одной частицы воды происходит увеличение веса инвертного сахара в 1,053 раза и количество инвертного сахара, образовавшегося из нормальной навески сахарозы, будет:

$$26 \cdot 1,053 = 27,4 \text{ г.}$$

Инвертный сахар, состоящий из равных частей фруктозы и глюкозы, имеет левое вращение (фруктоза вращает влево на больший угол, чем глюкоза — вправо), и вращение после инверсии в градусах эмпирической шкалы будет величиной отрицательной:

$$\alpha_1 = (-20,59) \cdot 2 \cdot \frac{27,4}{100} \cdot 2,89 = -32,6$$

Уменьшение вращения после инверсии равно:

$$100 - (-32,6) = 132,6 \text{ градусов эмпирической шкалы.}$$

Так как удельное вращение инвертного сахара зависит в большой степени от температуры, то и уменьшение вращения меняется с температурой. При 0° оно равно $142,66$ градусов эмпирической шкалы, а при t° изменение вращения равно $142,66 - 0,5t$. Если до инверсии вращение было p , после инверсии — i , то уменьшение вращения равняется $p - i$. Уменьшение вращения пропорционально процентному содержанию сахарозы в анализируемом продукте.

Уменьшение вращения $142,66 - 0,5t$ соответствует 100%-ному содержанию сахарозы (при нормальной навеске). Уменьшение вращения на величину $p - i$ соответствует следующему процентному содержанию сахарозы, откуда в сгущенном молоке:

$$S = \frac{100(p - i)}{142,66 - 0,5t} \text{ при любой навеске } a,$$

$$S = \frac{100(p - i)}{142,66 - 0,5t} \cdot \frac{26}{a},$$

где S — процентное содержание сахарозы в сгущенном молоке.

г) Вычисление свекловичного сахара по формулам

При производственном контроле определение сахара можно производить вычислением по формулам.

1. Формула, применяемая в молочно-консервной промышленности:

$$X = 100 - (B + Ж + \frac{20,4}{8,8}) = 100 - (B + Ж + 2,318),$$

где: X — процентное содержание сахарозы в сгущенном молоке,

B — процентное содержание воды,

$Ж$ — процентное содержание жира,

$20,4$ — процентное содержание СОМО (процентное содержание сухого обезжиренного остатка молока),

$8,8$ — процентное содержание СОМО в смеси, идущей для сгущения.

а) Формула Зайковских:

$$X = \frac{100 \cdot b - bv}{a + b},$$

где: X — процентное содержание сахарозы в сгущенном молоке,
b — количество кг сахара на 10 кг сырья (смеси),
v — процентное содержание воды в готовом продукте,
a — процентное содержание сухого вещества в исходном сырье.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ

В коническую колбочку емкостью в 150—200 мл вливают пипеткой 10 мл разведенного сгущенного молока. Добавляют 20 мл дистиллированной воды и 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Раствор титруют 0,1 N раствором NaOH до слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Количество миллилитров 0,1 N раствора NaOH, пошедших на титрование, умножают на 25. Полученное число дает кислотность в градусах в 100 г сгущенного молока.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА БЕЛКОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Определение общего количества белковых веществ ведется аналогично такому же определению в молоке. Для сжигания берется 10 мл разводки сгущенного молока или 3—4 г неразведенного сгущенного молока.

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ (ЗОЛЫ)

Определение золы проводят аналогично тому, как в цельном молоке, беря для озоления 25 мл разводки сгущенного молока. Полученную цифру золы умножают на 10 (в 25 мл разводки содержится 10 г сгущенного молока), тогда произведение дает процентное содержание золы в сгущенном молоке.

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ САХАРОЗЫ

Концентрацию сахарозы определяют вычислением по той же формуле, как в сгущенном обезжиренном молоке с сахаром (стр. 252).

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

Плотность сгущенного молока обычно определяют для установления конца сгущения молока в вакуумаппарате.

Определение производят ареометром, имеющим шкалу от 1,200 до 1,400 с делениями в 0,001. Обычно сгущенное молоко, взятое из вакуумаппарата, имеет температуру, близкую к 50°, при которой и ведут определение.

Пробу сгущенного молока берут из вакуумаппарата при помощи предназначенных для этого двух кранов. Между кранами находится

широкая грубка для наполнения сгущенным молоком. При взятии пробы открывают верхний кран, и сгущенное молоко заполняет широкую трубку. Закрыв верхний кран, открывают нижний, и сгущенное молоко свободно вытекает из крана.

Первую порцию сгущенного молока не берут для исследования, ее собирают отдельно, так как она может содержать оставшуюся воду или сгущенное молоко от предыдущей варки. Вспрично наполняют пространство между кранами сгущенным молоком и только эту порцию берут для исследования.

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ

а) В приборе Воларовича

Прибор Воларовича (рис. 82) основан на принципе ротационного вискозиметра и состоит из двух цилиндров, внутреннего А и наружного В, установленного на шариковых подшипниках. Внутренний цилиндр приводится во вращательное движение грузом Р, подвешенным на нитке, перекинутой через блок D и намотанной на шкив. Для пуска в движение и остановки имеется тормоз. В цилиндр В наливают исследуемое сгущенное молоко, хорошо перемешанное и доведенное до 20°. Молоко наливают до уровня, раз установленного, с таким расчетом, чтобы при погружении цилиндра А уровень сгущенного молока был на 0,5 см ниже края цилиндра В. Опускают внутренний цилиндр в сгущенное молоко. Для поддержания постоянной температуры пользуются водяной баней С. На нить навешивают

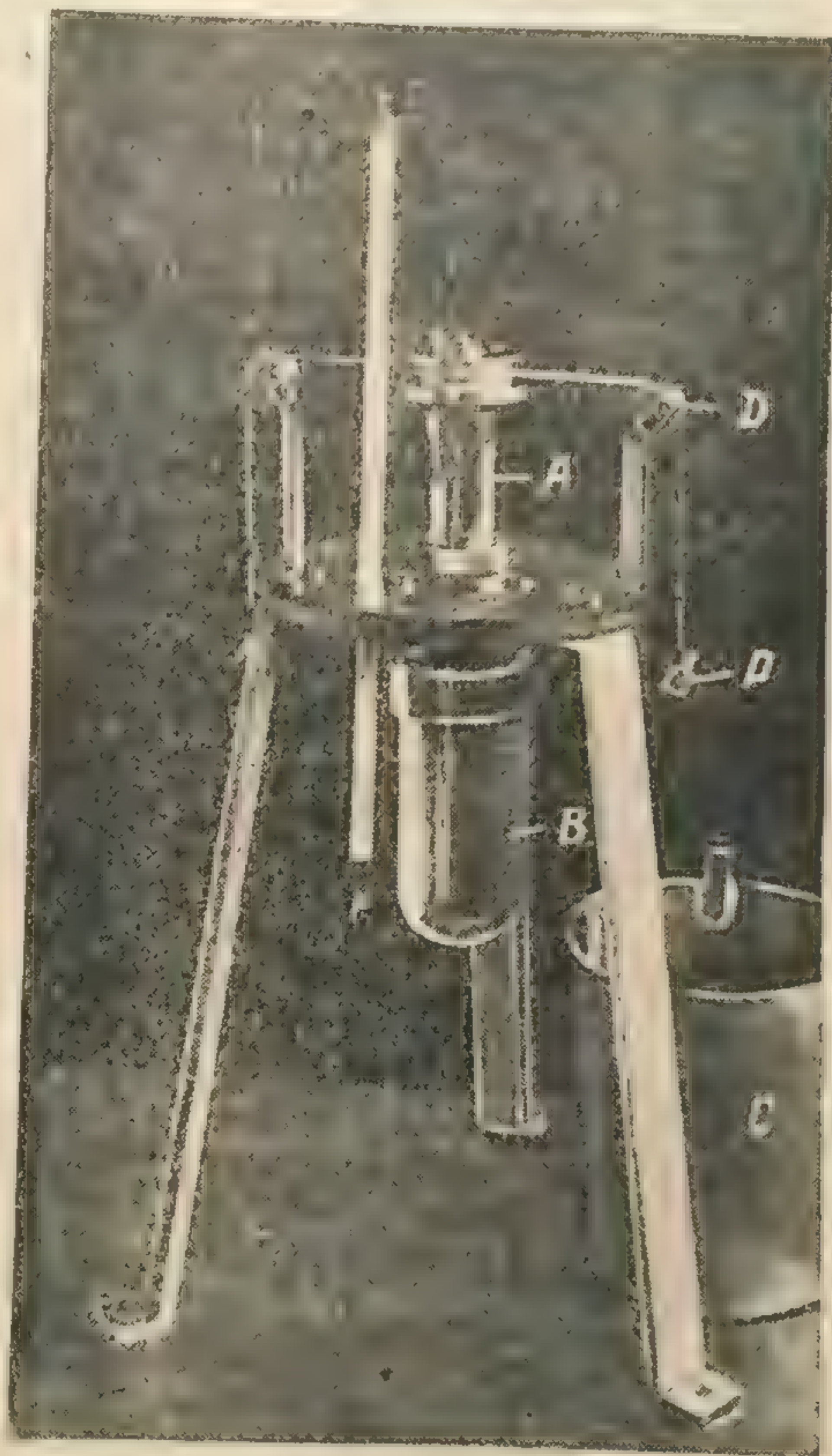


Рис. 82. Прибор Воларовича

груз и пускают в ход прибор. По секундомеру отсчитывают время нескольких оборотов шкива (5—7 оборотов), затем вычисляют время одного оборота. Отсчет повторяют несколько раз с различными гирями (5, 10, 15 г). Вязкость вычисляют отдельно для каждой гирьки и затем выводят среднюю величину из этих определений.

Можно поступать иначе: определить не время одного оборота шкива, а время, в которое груз проходит определенное расстояние (например 1 м). В первом случае вычисление величины η (вязкости сгущенного молока) производят по формуле (1):

$$\eta = K \frac{P}{\Omega}, \quad (1)$$

где: K — константа прибора, зависящая от его размеров,
 P — вес груза за вычетом веса груза, который требуется для преодоления трения подшипников,

Ω — число оборотов в 1 сек. (угловая скорость, равная $\frac{1}{T}$,

где T — период одного оборота шкива).

Во втором случае вычисление величины η производят по формуле (2)

$$\eta = K^1 \frac{P}{\Omega}, \quad (2)$$

где: K^1 — константа прибора, зависящая от его размеров,
 P — груз за вычетом веса груза, который требуется для преодоления трения подшипников,

$$\Omega = \frac{1}{DT^1},$$

где: l — длина пути груза,
 D — диаметр шкива,
 T^1 — время падения груза.
 Вычисление константы K :

$$K = \frac{(r_1^2 - r_2^2) \cdot g \cdot R}{8\pi^2 h r_1^2 r_2^2},$$

где: r_0 — радиус внутреннего цилиндра,
 r_1 — радиус наружного цилиндра,
 R — радиус шкива,
 g — ускорение силы тяжести (981 см/сек).

$$h = h^0 + \frac{1}{2} \cdot r_0^2$$

где: h^0 — истинная высота цилиндра, погруженного в жидкость.

Трение подшипников устанавливается при пустых цилиндрах при разных грузах.

Вязкость, или коэффициент трения, определяется в абсолютных единицах (в пуазах или в сантипуазах) и обозначается буквой η .

Сущность метода. Вязкость воды при температуре $20,1^\circ$ равна 1 сантипуазу, т. е. $0,01\eta$.

Основное уравнение вязкости — это уравнение Ньютона: внешняя действующая сила F уравнивается силой внутреннего трения S^1 (поверхностное трение или сдвиг):

$$F = \eta s^1 \frac{\Delta v}{\Delta z}, \quad (3)$$

где: Δv — изменение скорости на отрезке Δz ,

отношение $\frac{\Delta v}{\Delta z}$ — градиент скорости.

Из уравнения (3) определяется единица измерения вязкости:

$$\eta = \frac{F \Delta z}{s^1 \Delta v}; \quad (4)$$

$$F = 1 \text{ дине} = \frac{\text{г/см}}{\text{сек.}^2}$$

$$\Delta z = \text{см},$$

$$s^1 = \text{см}^2,$$

$$\Delta v = \text{см/сек.}$$

Подставляя значения в уравнение (4) и производя соответствующие сокращения, получают η

$$\eta = \frac{\text{г}}{\text{см/сек}}$$

Вязкость сгущенного молока при температуре 20° равна $25\text{--}40\eta$.

б) В вискозиметре типа Энглера

Вискозиметр Энглера состоит из двух вставленных один в другой металлических резервуаров: А — для исследуемой жидкости с крышкой и для воды М, термометров Т, деревянного запора-палочки V, мешалки, подставки с кольцом для газа и мерной колбы К на 200 мл (рис. 83).

При производстве определения внешняя баня наполняется водой при 20° ; эта температура поддерживается во все время опыта.

Во внутренний резервуар наливают дистиллированную воду, поднимают запор-палочку, дают воде спокойно вытечь, затем закрывают выходное отверстие, доливают воду в резервуаре до черточки, оставляют ее на некоторое время, чтобы она приняла точно температуру 20° , подставляют под отверстие мерную специальную колбу на 200 мл с расширенным верхним горлом и секундомером отсчитывают время, которое протекает с момента поднятия запора (начало вытекания) до наполнения водой колбы до метки в 200 мл.

До начала опыта необходимо воду в резервуаре оставить стоять совершенно спокойно и поднимать запор быстро, но без сотрясений.

Вытекание воды из вискозиметра повторяют не менее 2 раз. Разница двух определений не должна быть больше 0,4—0,5 сек. Средняя быстрота вытекания воды в вискозиметре Энглера колеблется от 50 до 52 сек.

Вытерев тщательно прибор, наливают в него точно до черточки вместо воды хорошо перемешанное сгущенное молоко, имеющее температуру 20°. После того как температура молока установится точно на 20°, поднимают запор и, пустив одновременно в ход секундомер, отсчитывают время, необходимое для наполнения колбы до метки 200 мл. Опыт повторяют дважды. Сгущенное молоко в вискозиметр наливают осторожно, чтобы избежать образования пены.

Отношение времени вытекания молока (в сек.) t ко времени вытекания воды t_1 называется константой вязкости v :

$$v = \frac{t}{t_1}.$$

При выражении константы вязкости необходимо указывать название вискозиметра.

Вязкость молока можно выразить удельной вязкостью.

При определении удельной вязкости в подставленную под отверстие взвешанную колбу собирают вытекающее сгущенное молоко в течение определенного времени (3—5 мин.). Собранное молоко взвешивают. Затем то же самое проделывают с дистиллированной водой. Определяют удельную вязкость.

При этих определениях существенное значение имеет давление, производимое столбом жидкости в вискозиметре, которое находится в прямом отношении с плотностью.

Если плотность дистиллированной воды принять за 1, а плотность исследуемой жидкости обозначить S , то производимые этими жидкостями давления будут относиться друг к другу, как 1 : S .

Вязкость выражают обратным отношением количеств вытекших жидкостей в объемных единицах. Имея вес вытекших жидкостей и зная весовое количество на плотность, получают количество жидкостей в объемных единицах.

Пусть в известное время воды вытекало a г, молока — b г, плотность молока — S ; тогда вязкость молока выразилась бы формулой:

$$\frac{a \cdot S}{b}$$

но так как молоко, вытекая через капилляр, находится под давлением в S раз большим, чем вода, то объем вытекшего его количества будет в S раз больше, чем если бы оно вытекало под давлением, равным воде, т. е. 1.

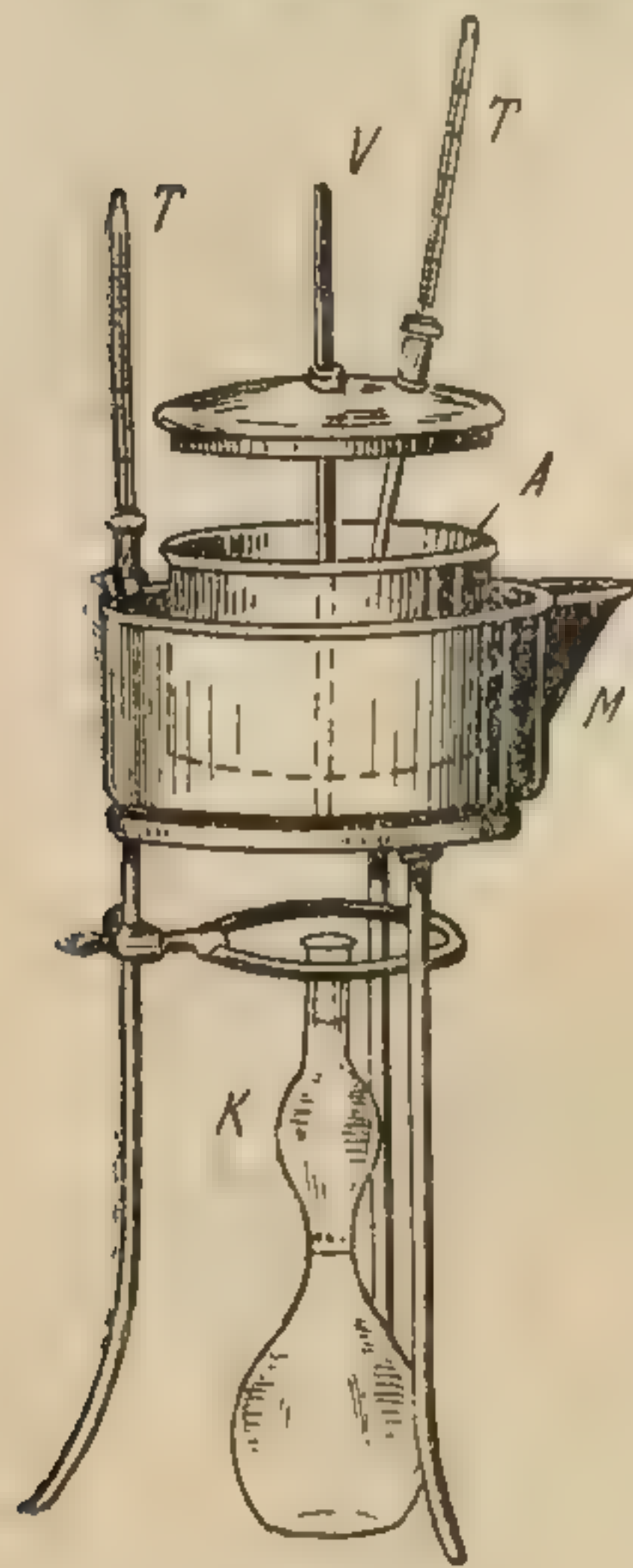


Рис. 83.
Вискозиметр
Энглера

Отсюда удельная вязкость (V_{20}):

$$V_{20} = \frac{a \cdot s^2}{b}$$

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА И ВЕЛИЧИНЫ КРИСТАЛЛОВ МОЛОЧНОГО САХАРА (МЕТОД ВМХИ)

Количество и величину кристаллов молочного сахара в сгущенном молоке определяют под микроскопом в счетной камере глубиной в 0,100 мм при увеличениях в 100 и 400 раз. В окуляр вставляется измерительная линейка, расстояние между черточками которой измеряется объектив-микрометром. Для этого объектив-микрометр кладется вместо камеры Тома. Затем наблюдают, сколько делений объектив-микрометра совпадает с делениями окулярной линейки. Количество делений объектив-микрометра, деленное на количество делений окуляр-микрометра, дает величину одного деления в микронах. Измерение окулярной линейки производится при увеличении в 100 и 400 раз.

Линейка объектив-микрометра равняется 1 мм, разделенному на 100 частей. Таким образом, одно деление объектив-микрометра равняется 0,01 мм, или 10 μ .

Микроанализ ведется в неразбавленном сгущенном молоке и без подогревания его, во избежание растворения кристаллов молочного сахара. Для анализа берут иглой небольшую каплю тщательно перемешанного сгущенного молока, наносят на счетную камеру, накрывают покрывным стеклышком и прижимают до появления ньютоновых колец. Затем производят подсчет.

По величине кристаллы можно разбить на четыре группы: группа I — кристаллы, не обнаруживающиеся на вкус, до 12 μ ; группа II — от 12 до 15 μ , дает мучнистость, группа III — от 15 до 30 μ , обуславливает песчанистость, и группа IV — от 30 и больше μ , дает порок (хруст на зубах).

Группы, в свою очередь, можно разбить на классы. Подсчет производить лучше значале, при увеличении в 100, с тем что если кристаллов немного и величина их не менее 4 μ , то их легко сосчитать во всей камере, соответствующей 0,1 мм, и тогда нет необходимости вести подсчет при увеличении в 400 раз. Размер кристалла измеряется по длинной грани его, но не по диагонали; ширина перпендикулярна грани длины.

Измерение каждого кристалла не производят, но при разбивке на группы или на классы измеряют один-два кристалла и тогда делают подсчет. При переводе кристаллов на объем отмечают ширину кристалла и его форму. Кристаллы молочного сахара больше всего встречаются в форме пинокоидов и ромбоидов.

При увеличении в 400 раз производят подсчет с окулярной сеткой, так как сетку камеры неотчетливо видно. Если окулярной сети

нет, то отсчет производят во всем поле зрения, предварительно измерив длину диаметра поля зрения объектив-микрометром.

Измерение величины кристаллов молочного сахара ведется при помощи окуляр-микрометра.

Можно вести определение и без счетной камеры, на обычных предметных стеклах. В этом случае нужно всегда наносить одинаковые по величине капли сгущенного молока, пользуясь не иглой, а петлей диаметром в 1 мм. В этом случае измерить количество кристаллов сахара не удастся, а можно провести лишь качественное отличие различных проб сгущенного молока.

III. СГУЩЕННОЕ МОЛОКО С КОФЕ И КАКАО

1. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

Взятие и подготовку пробы для исследования производят так же, как в сгущенном молоке с сахаром.

Определение процентного содержания воды, сахара, золы, белков производят, как в сгущенном молоке с сахаром.

При определении готовности варки содержание воды определяют рефрактометрическим методом, но при просматривании показания рефрактометра луч света направляют на нижнее отверстие призмы, верхнее же закрывают специальной заслонкой.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) Весовой метод

Определение производится так, как описано при определении жира в молоке, с той разницей, что после добавления 25 мл серного эфира встряхивание производят не в течение 0,5 мин., а более энергично в течение 2 мин. (стр. 22).

б) Весовой метод с тройным экстрагированием

4 г сгущенного молока с кофе или какао отвешивают в маленький химический стаканчик с носиком, переносят при помощи 10 мл горячей воды, добавляя ее небольшими порциями в специальную трубку (см. рис. 14), приливают 2 мл 10%-ного аммиака и все тщательно перемешивают. Затем добавляют 10 мл спирта (аммиак, спирт и эфир приливают, ополаскивая ими стаканчик, в котором было взвешено сгущенное молоко с кофе или какао), хорошо перемешивают и прибавляют 25 мл серного эфира. Закрыв пробку, сильно встряхивают в течение 2 мин; дают отстояться 2 мин., приливают 25 мл петroleйного эфира (с температурой кипения не выше 60°) и сильно встряхивают 1—2 мин., после чего оставляют стоять 20 мин. (или до тех пор, пока жидкость делается прозрачной). Затем осторожно сифоном сливают эфирно-жировой слой через маленький бумажный сухой фильтр во взвешенную сухую колбочку емкостью 200—250 мл, на-

блюдая, чтобы в трубке осталось возможно меньше эфирно-жирового слоя. Обмыв сифон, через который сливали эфирно-жировой слой, повторяют описанную экстракцию еще 2 раза; при этом берут каждый раз по 15 мл серного и петролейного эфиров, сливая эфирно-жировой слой каждый раз через тот же фильтр во взвешенную колбу.

Если после встряхивания с серным эфиром получается трудно распадающаяся эмульсия, то добавляют 3—5 мл спирта и вновь встряхивают.

Фильтр промывают 15 мл смеси эфиров, отгоняют эфир, колбу с жиром помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре 105°. Первое взвешивание производят через час, повторное — через 0,5 часа.

При трехкратном экстрагировании получается более полное извлечение жира.

в) Бутирометрический метод

Методика определения такая же, как и при определении процентного содержания жира в сгущенном молоке с сахаром. Но этот метод пригоден только для определения жира в свежих образцах сгущенного молока с какао, при его выработке.

Определение процента жира в сгущенном молоке с какао после хранения и в сгущенном молоке с кофе проводят весовым методом, так как бутирометрическим методом точные данные получить не удается.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

Определение кислотности в сгущенном молоке с кофе и какао делается так же, как в мороженом простым или электрометрическим титрованием (стр. 206).

IV. СГУЩЕННОЕ ОБЕЗЖИРЕННОЕ МОЛОКО С САХАРОМ

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

При нахождении сгущенного обезжиренного молока одной варки в ванне на производстве его хорошо перемешивают, чтобы получить совершенно однородную массу, и после этого отбирают среднюю пробу. Отбор пробы производят масляным щупом или деревянным ножом, погруженным вертикально в сгущенное обезжиренное молоко. Оставшийся на стенках щупа или ножа сгущенный обрат собирают, давая ему стекать в подготовленный сухой стакан.

Если сгущенное обезжиренное молоко на производстве не сливается в ванну, а остается в ушатах до розлива в бочки, то при взятии пробы с поверхности снимают пену, тщательно перемешивают мутовкой и от каждого ушата в какой-нибудь сосуд отбирают пропорциональную часть для составления средней пробы.

Можно брать пробу градуированным черпаком, очищая перед сливанием наружную поверхность его шпателем, чтобы видна была градуировка. Среднюю пробу тщательно перемешивают шпателем и отделяют от нее необходимое количество для анализа.

При взятии пробы сгущенного обезжиренного молока из бочки в отверстие в днище бочки вставляют металлическую луженую трубку диаметром около 2,5—3 см и погружают ее на глубину до половины бочки. Трубку в месте соприкосновения с отверстием в днище обертывают в несколько слоев пергаментом, чтобы закрыть отверстие. Затем бочку наклоняют на бок, и через трубку вытекает сгущенное обезжиренное молоко в подставленную сухую банку или в стакан.

Для получения однородной массы сгущенного обезжиренного молока в бочке целесообразно бочку при хранении время от времени переворачивать.

2. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

Среднюю пробу хорошо перемешивают стеклянной палочкой. Пену, собирающуюся на поверхности, снимать не следует, при хорошем перемешивании она равномерно распределяется по всей массе.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

1. Метод высушивания при температуре 140°

а) На техно-химических весах. В алюминиевую чашку или стеклянную бюксу насыпают 40—50 г промытого, прокаленного песка, кладут подходящей длины стеклянную палочку и взвешивают с точностью до 0,01 г. Затем туда же отвешивают 5 г сгущенного обезжиренного молока, хорошо перемешивают стеклянной палочкой и чашку или бюксу ставят в сушильный шкаф при температуре 140°. Через 5—7 мин. содержимое чашки перемешивают и оставляют в сушильном шкафу на час. Если одновременно помещают в шкаф несколько чашек, то температура сушильного шкафа сильно падает, поэтому следует перед началом сушки температуру шкафа поднять на 8—10° выше 140°. Время выдержки в сушильном шкафу считают с того момента, когда в шкафу будет достигнута температура 140°.

По истечении часа чашку вынимают из сушильного шкафа, ставят для охлаждения на чистую поверхность, например кафельную плитку, и взвешивают. Процент воды вычисляют по формуле:

$$x = \frac{(b - в) \cdot 100}{b - a},$$

где: x — процентное содержание воды в сгущенном обезжиренном молоке;

a — вес чашки с песком и палочкой,

b — вес чашки с песком, палочкой и сгущенным обезжиренным молоком;

$в$ — вес чашки после высушивания.

б) На специальных весах (рис. 84). На крючок левого коромысла вешают два рейтера — большой и маленький. На правую чашку весов помещают чашку с песком и палочкой и уравнивают весы каким-нибудь грузом или разновесами. Точное уравнивание достигается винтовыми регуляторами, находящимися на концах коромысла весов.

После уравнивания весов на левую чашку их помещают гирию в 5 г и в чашку с песком и палочкой отвешивают сгущенное обезжиренное молоко.

Высушивание производится, как указано в пункте «а».

После охлаждения чашку ставят на правую чашку весов и для приведения весов в равновесие перемещают рейтера по коромыслу вправо.

То деление, на котором находится большой рейтер, указывает целые проценты, маленький рейтер — десятые доли процента воды. Полученный результат умножают на 2. Например, большой рейтер повешен на деление 13, маленький на деление 4. Процент воды будет равен: $13,4 \cdot 2 = 26,8$.



Рис. 84. Специальные веса для определения % воды

2. Экспресс-метод

Определение ведется, как описано для сгущенного молока с сахаром (стр. 230).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

В химический стаканчик или в коническую колбу отвешивают 5 г сгущенного обезжиренного молока, отмеривают в цилиндр 40 мл дистиллированной воды и приливают ее частями к навеске, размешивая стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Затем прибавляют 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором щелочи. Количество израсходованных миллилитров щелочи умножают на 20 для выражения в градусах кислотности.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

Производится аналогично определению в сгущенном цельном молоке с сахаром (стр. 233), а для производственного контроля пользуются формулой Зайковских:

$$X = \frac{(100 - B) \cdot B}{A + B},$$

где: X — процент свекловичного сахара в сгущенном обезжиренном молоке,

A — процент сухих веществ в обезжиренном молоке,

Б — количество кг сахара, внесенного на 100 кг обезжиренного молока,

В — процент воды в сгущенном обезжиренном молоке.

Пример. Процент сухого вещества 9,28, на 100 кг обезжиренного молока прибавлено сахара 14 кг, процент воды в сгущенном обезжиренном молоке 30. Процентное содержание свекловичного сахара равняется:

$$\frac{(100-30) \cdot 14}{9,28+14} = 42,1 \%$$

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ САХАРОЗЫ

Концентрацией сахарозы в сгущенном молоке называют процентное отношение количества свекловичного сахара к общему количеству свекловичного сахара и воды в сгущенном молоке.

Расчет концентрации сахарозы производится по следующей формуле:

$$K = \frac{D \cdot 100}{D+V},$$

где: K — концентрация сахарозы,

D — процентное содержание свекловичного сахара в сгущенном молоке,

V — процентное содержание воды.

Пример. В сгущенном обезжиренном молоке процентное содержание свекловичного сахара 42, воды 30. Концентрация сахарозы:

$$K = \frac{42 \cdot 100}{42+30} = 58 \%$$

V. СГУЩЕННЫЕ СЛИВКИ С САХАРОМ

1. ВЗЯТИЕ ПРОБЫ И ПОДГОТОВКА ЕЕ ДЛЯ АНАЛИЗА

Взятие пробы и подготовка образца для анализа производятся в основном так же, как при сгущенном молоке с сахаром (стр. 228).

Для определения процентного содержания сахара нодометрическим методом, процентного содержания жира в молочных бутирометрах, кислотности пользуются разведенными сгущенными сливками, которые готовят следующим образом.

50 г сгущенных сливок с сахаром отвешивают в химический стакан емкостью 150—200 мл, растворяют в 100 мл дистиллированной воды (температура 50—60°) и переносят без потерь в мерную колбу емкостью 250 мл, смывая стакан теплой водой; охлаждают до 20°, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Если при приготовлении разводки выделяется жир, определение сахара и жира производят из отдельных навесок.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Определение процентного содержания воды производят, как в сгущенном молоке с сахаром (стр. 229).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

1. Весовой метод

Навеску сливок в 2 г из химического стакана переносят в специальную трубку (см. рис. 14) при помощи 10 мл теплой воды с последующим обмыванием стакана всеми реактивами. Определение жира ведут, как в сгущенном молоке (стр. 248).

2. Бутирометрический метод

а) В молочный бутирометр вливают 10 мл серной кислоты плотностью 1,815—1,82, 11 мл разведенных сгущенных сливок с сахаром и 1 мл изоамилового спирта.

Дальше поступают, как при анализе цельного молока (стр. 14). Результат отсчета бутирометра умножают на 5 (разведение сливок).

б) Отвешивают в стакан 5 г сгущенных сливок с сахаром, приливают небольшое количество (3—4 мл) серной кислоты плотностью 1,57—1,58 и растворяют содержимое на водяной бане при температуре не выше 65°. Содержимое стакана переносят без потерь в сливочный бутирометр и стакан ополаскивают несколько раз серной кислотой той же крепости в таком количестве, чтобы общий объем ее вместе с первоначально взятым количеством составлял 15 мл. Добавляют 1 мл изоамилового спирта и далее определение ведут, как в молоке.

Процентное содержание жира в сгущенных сливках с сахаром находят непосредственным отсчетом в сливочном бутирометре.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

Кислотность определяют в разведенных сгущенных слизках. Количество щелочи, пошедшей на 10 мл разведенных сливок, умножают на 10 и на разведение. Получают кислотность в градусах.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) Иодометрический метод

Определение свекловичного сахара иодометрическим методом ведется в приготовленном фильтрате сгущенных сливок. Фильтра-

ты получают или из разведенных сгущенных сливок или непосредственно из навески сгущенных сливок.

В мерную колбу емкостью 250 мл наливают 100—150 мл воды, 25 мл разведенных сгущенных сливок, прибавляют для осаждения белков 5 мл раствора медного купороса (1-й раствор Фелинга) и 1 мл 1,0 N раствора NaOH. Взбалтывают, доливают водой до метки и, снова тщательно перемешав, оставляют стоять час, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. В фильтрате определяют сахар.

При приготовлении фильтрата из навески отвешивают 5 г сгущенных сливок с сахаром в химический стаканчик и без потерь переносят небольшим количеством воды (температура 50—60°) в колбу емкостью на 250 мл, охлаждают и приливают около 100—150 мл воды, а затем поступают, как указано выше для разведенных сливок.

25 мл полученного фильтрата вносят пипеткой в коническую колбу емкостью 250—300 мл и далее, как в сгущенном молоке с сахаром (стр. 233). Из полученного процентного содержания сахара вычитают 1%.

б) Поляриметрический метод

50 г сгущенных сливок с сахаром отвешивают в стакан емкостью на 100 мл и разбавляют 50 мл кипящей воды. Раствор сливок переносят в мерную колбу на 250 мл, смывая стакан 100 мл кипящей воды.

После охлаждения раствора до 20 добавляют 8 мл раствора основного уксуснокислого свинца (реактив 54), 3 мл насыщенного раствора фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4), доливают до метки водой, сильно встряхивают и через 15 мин. фильтруют через плотный складчатый фильтр в сухую колбу. Далее определение ведут, как при сгущенном молоке с сахаром (стр. 238).

Получают вращение до инверсии p и после инверсии i . Вычисление процентного содержания сахарозы (S) производят по формуле:

$$S = 1,2326(p - i),$$

где 1,2326 — постоянная величина, которая выводится из следующей формулы:

$$K = \frac{100 \cdot 0,26 \cdot 235,85 \cdot 2}{132,66 \cdot 75} \quad (\text{стр. 240}).$$

Величина осадка для сгущенных с сахаром сливок принята постоянной, равной 14,15 мл для 50 г продукта. Можно вместо формулы пользоваться табл. 37.

Процентное с

Прог
сах
K=1,

p-i	Прог сах K=1,
26,5	32
26,6	32
26,7	33
26,8	33
26,9	33
27,0	33
27,1	33
27,2	33
27,3	33
27,4	33
27,5	33
27,6	33
27,7	33
27,8	33
27,9	33

VI.

Стерил
в мелкие
молока, р

Перед
чтобы сод
вскрываю
мочков (6
сито в су
мешиваю
Разведен
так же,

2. ОПРЕД

Опре
аналогич
ного сод
трехкрат
гревание
перед ст
трифуги

Таблица 37

Процентное содержание сахарозы в сгущенных сливках с сахаром по разности в показаниях сахариметра до и после инверсии

p-i	Процент сахара K=1,2326	p-i	Процент сахара K=1,2326	p-i	Процент сахара K=1,2326	p-i	Процент сахара K=1,2326
26,5	32,66	28,0	34,51	29,5	36,36	31,0	38,21
26,6	32,79	28,1	34,64	29,6	36,48	31,1	38,33
26,7	32,91	28,2	34,76	29,7	36,61	31,2	38,46
26,8	33,03	28,3	34,88	29,8	36,73	31,3	38,58
26,9	33,16	28,4	35,00	29,9	36,85	31,4	38,70
27,0	33,28	28,5	35,13	30,0	36,98	31,5	38,83
27,1	33,40	28,6	35,25	30,1	37,10	31,6	38,95
27,2	33,53	28,7	35,37	30,2	37,22	31,7	39,07
27,3	33,65	28,8	35,49	30,3	37,35	31,8	39,19
27,4	33,77	28,9	35,62	30,4	37,47	31,9	39,32
27,5	33,89	29,0	35,76	30,5	37,59	32,0	39,44
27,6	34,02	29,1	35,87	30,6	37,72	32,1	39,57
27,7	34,14	29,2	35,99	30,7	37,84	32,2	39,69
27,8	34,27	29,3	36,11	30,8	37,96	32,3	39,81
27,9	34,39	29,4	36,24	30,9	38,09	32,4	39,94

VI. СТЕРИЛИЗОВАННОЕ СГУЩЕННОЕ МОЛОКО

1. ВЗЯТИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

Стерилизованное сгущенное молоко (без сахара) расфасовывают в мелкие жестяные банки. Отбор проб производят, как сгущенного молока, расфасованного в жестяные банки (стр. 228).

Перед анализом невскрытую банку сильно встряхивают для того, чтобы содержимое привести в однородное состояние. Затем банку вскрывают и тщательно перемешивают ложкой. При наличии комочков (белковых сгустков) молоко переливают через волосяное сито в сухой стакан, комочки на сите растирают и после этого размешивают их с остальной пробой до получения однородной массы. Разведение стерилизованного молока для анализа производят так же, как сгущенного молока с сахаром.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ, ЖИРА, БЕЛКОВ, МОЛОЧНОГО САХАРА, КИСЛОТНОСТИ

Определение этих составных частей и кислотности производится аналогично анализу в цельном молоке. При определении процентного содержания жира бутирометрическим методом применяется трехкратное центрифугирование по 5 мин. с промежуточным подогреванием в бане при 65° по 5 мин., так как стерилизованное молоко перед сгущением подвергается гомогенизации и однократное центрифугирование не обеспечивает полноты выделения жира.

VII. СУХОЕ ЦЕЛЬНОЕ МОЛОКО

1. ВЗЯТИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

Сухое молоко расфасовывают в крупную жестяную тару (банки емкостью 10 и 25 кг) или в фанерные барабаны. После вскрытия жестяных банок пробу отбирают сухой ложкой из нескольких мест банки в количестве 250—300 г и помещают в банку с притертой или хорошо подобранной резиновой пробкой. При взятии пробы из фанерных барабанов верхний слой сухого молока на глубину 5—10 см сдвигают ложечкой в сторону и пробником в центре барабана берут из трех-четырех мест сухое молоко в чистые и сухие банки с пробками. На банках ставят номер пробы.

Перед исследованием пробу сухого молока в банке тщательно перемешивают сухой ложечкой.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

а) Определение воды высушиванием при 100—105°

В бюксу помещают 10 г промытого и прокаленного песка и короткую стеклянную палочку, после чего бюксу ставят в сушильный шкаф на 0,5 часа при 100—105° и по охлаждении в эксикаторе взвешивают с точностью до 0,001 г. Затем помещают в бюксу 3—4 г сухого молока, закрывают крышку и взвешивают, на основании чего определяют навеску сухого молока. Смешав стеклянной палочкой сухое молоко с песком до получения однородной массы, ставят бюксу, открыв крышку, в сушильный шкаф на 2 часа при 100—105°. Охладив в эксикаторе, взвешивают; снова ставят в шкаф на 0,5 часа и т. д. до тех пор, пока разница двух последующих взвешиваний не будет превышать 0,004 г.

Вычисление процентного содержания воды производят по формуле:

$$x = \frac{b - a}{v} \cdot 100,$$

где: x — процентное содержание воды в сухом молоке,
 a — вес бюксы с сухим молоком после высушивания,
 b — то же до высушивания,
 v — навеска сухого молока.

б) Экспресс-метод

В чистую сухую бюксу на технических весах отвешивают 5 г сухого молока с точностью до 0,01 г, распределяя молоко возможно более равномерным слоем. После этого бюксу помещают в сушильный шкаф с температурой 125° на 25 мин. По истечении этого времени бюксу охлаждают в эксикаторе 25—30 мин. и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Убыль в весе после высушивания, умноженная на 20, показывает процентное содержание воды в сухом молоке.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) Весовой метод

Около 1 г средней пробы сухого молока помещают в сухую чистую пробирку с пробкой, взвешивают с точностью до 0,001 г, открывают пробку, вносят пробирку глубоко в специальный цилиндр (см. рис. 14), держа его горизонтально, и затем, придав вертикальное положение, высыпают содержимое пробирки в цилиндр. Пробирку, закрыв пробкой, взвешивают с остатками сухого молока и по разности между первым и вторым взвешиванием устанавливают взятую навеску сухого молока. Приливают в цилиндр 8 мл воды температуры 45—50°, перемешивают до получения однородной жидкости и далее поступают, как при определении процентного содержания жира в цельном молоке (стр. 22).

б) Бутирометрический метод

В сливочный весовой бутирометр наливают 10 мл серной кислоты (плотностью 1,82—1,825), 7,5 мл воды и 1 мл изоамилового спирта. На листок бумаги на техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают 2,5 г сухого молока. Навеску без потерь переносят в бутирометр и, закрыв пробкой, осторожно побалтывают (не переворачивая бутирометра) для растворения большей части сухого молока в широкой части бутирометра. Затем помещают бутирометры в водяную баню с температурой воды 65°, где держат до полного растворения сухого молока, часто встряхивая бутирометры. Когда сухое молоко полностью растворится, поступают дальше как при определении процентного содержания жира в молоке (стр. 14). Процент жира устанавливают умножением количества отсчитанного в бутирометре жира на коэффициент 2, так как шкала сливочных бутирометров рассчитана на навеску в 5 г продукта, а сухого молока отвешено 2,5 г.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ

В стаканчик емкостью 150—200 мл отвешивают 2,5 г сухого молока. Небольшими порциями при тщательном растирании комочков палочкой добавляют 20 мл дистиллированной воды (температура 65°). Охлаждают раствор и добавляют еще 40 мл дистиллированной воды (температура 20°) и 5 капель 1%-ного раствора фенолфталеина. Раствор титруют 0,1 N раствором щелочи до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Количество миллилитров 0,1 N щелочи умножают на 5. Полученное число дает кислотность молока в градусах в 100 мл восстановленного сухого молока.

Б. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ МОЛОЧНОГО САХАРА

а) Иодометрический метод

В небольшом химическом стакане отвешивают 0,3—0,4 г сухого молока (точность взвешивания 0,001 г) и растворяют в 25 мл воды температурой 65°, прибавляя ее в стакан небольшими порциями, тщательно растирая комочки. Полученный однородный раствор переносят в мерную колбу емкостью 500 мл, ополаскивая стакан дистиллированной водой и сливая воду в ту же мерную колбу. После этого добавляют в колбу около 200 мл дистиллированной воды, 10 мл сернокислой меди — 1-й раствор Фелинга (реактив 15), 4 мл 1,0 N раствора NaOH, взбалтывают раствор, доливают до метки водой, еще раз тщательно взбалтывают и оставляют стоять 0,5 часа для осаждения осадка, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу.

50 мл фильтрата отмеривают в коническую колбу с притертой пробкой, прибавляют 25 мл 0,1 N раствора иода и при непрерывном помешивании из бюретки 37,5 мл 0,1 N раствора NaOH. Закрыв пробкой колбу, оставляют раствор стоять в темном месте 20 мин. После этого в раствор приливают 8 мл 0,5 N раствора HCl и титруют выделившийся иод 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в присутствии 1%-ного раствора крахмала (реактив 22). Параллельно 25 мл 0,1 N раствора I титруют тем же 0,1 N раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Разность в количестве миллилитров 0,1 N раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ между вторым и первым титрованием, умноженная на 18,01, дает количество молочного сахара (а) в миллилитрах в навеске сухого молока в 50 мл раствора. Процентное содержание молочного сахара (х) будет:

$$x = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где: а — найденное количество молочного сахара (в мг) в 50 мл фильтрата,

б — количество сухого молока (в мг) в 50 мл фильтрата.

б) Поляриметрический метод

10 г молочного порошка в мерной колбе 100 мл растворяют в горячей воде, приливая ее отдельными порциями, прибавляют около 1 мл аммиака (плотностью 0,96) и доливают водой до метки.

К 75 мл полученного раствора прибавляют 7,5 мл ртутного раствора (реактив 80), 7,5 мл 20%-ной H_2SO_4 , доливают водой до 100 мл, взбалтывают, фильтруют и поляризуют при 20° в поляризационной трубке в 200 мм длины.

Одно деление шкалы сахариметра соответствует 0,164 г молочного сахара в 100 мл раствора. Один круговой градус поляризационного аппарата равняется 0,4759 г молочного сахара.

Так как объем осадка у цельного молока (2,8—4,7% жира) равенется приблизительно 6 мл, а у обезжиренного 3 мл, то полученные

данные поляризации необходимо умножить: у цельного молока на 0,94, у обезжиренного на 0,97. Зная навеску, рассчитывают процентное содержание молочного сахара.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ

а) Весовой метод

В стаканчик емкостью 200 мл на техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают 12,5 пробы сухого молока.

Приливают 30 мл дистиллированной воды температурой 70—75°, порциями по 10 мл, тщательно каждый раз растирая комочки и размешивая всю массу стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Затем переносят раствор без потерь в мерный цилиндр емкостью 100 мл с притертой или резиновой пробкой. Стаканчик смывают 3 раза теплой водой температурой 40—45° порциями по 15 мл в тот же цилиндр. После этого охлаждают раствор до 20° и доливают дистиллированной водой (при температуре 20°) до метки 100. Закрыв цилиндр пробкой, перемешивают раствор, переворачивая цилиндр несколько раз. Затем цилиндр с раствором оставляют спокойно стоять в течение 4 час. К окончанию времени отстаивания раствора на аналитических весах взвешивают с точностью до 0,001 г предварительно высушенную бюксу с прокаленным песком и стеклянной палочкой.

По истечении 4 час. из средних слоев цилиндра берут пипеткой в приготовленную бюксу 25 мл раствора. Пробу из средних слоев раствора берут следующим образом: закрывают пальцем верхнее отверстие пипетки и погружают ее медленно в цилиндр с раствором до 50-го деления; после этого, приподняв палец, набирают в пипетку растворенное молоко. Наружную нижнюю часть пипетки, которая была погружена в раствор сухого молока перед выливанием в бюксу, вытирают фильтровальной бумагой или полотенцем.

Бюксу с вылитым в нее раствором помещают на кипящую водяную баню и раствор высушивают при помешивании стеклянной палочкой до получения рассыпчатой массы.

После этого переносят бюксу в сушильный шкаф и выдерживают в нем при температуре 105° 1,5 часа. Охлаждают в эксикаторе в течение 25—30 мин. и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Вторично помещают бюксу в сушильный шкаф на 0,5 часа, охлаждают, взвешивают и, если разница в весе не превышает 0,004 г, высушивание заканчивают. В противном случае высушивание продолжают, пока разница между взвешиванием не дойдет до указанной величины.

Растворимость вычисляют по следующей формуле:

$$x = \frac{b - a}{\Pi} \cdot 100. \quad (1)$$

где: x — растворимость сухого молока (в %),
 a — вес бюксы с песком и палочкой,
 b — вес бюксы после высушивания 25 мл разводки,
 v — навеска сухого молока в 25 мл разводки.

Полученная по уравнению (1) растворимость сухого молока пересчитывается на безводное сухое молоко:

$$y = \frac{x \cdot 100}{100 - c}, \quad (2)$$

где: y — растворимость безводного сухого молока (в %) — абсолютная растворимость,
 x — растворимость сухого молока (в %), определенная по формуле (1),
 c — влажность сухого молока (в %).

б) Метод центрифугирования

Сущность метода заключается в определении величины нерастворимого в воде осадка, полученного после 15-минутного центрифугирования 50 мл восстановленного сухого молока. Обязательным условием при этом методе является полная однородность раствора сухого молока, что достигается растворением в электрическом смесителе.

На техно-химических весах с точностью до 0,01 г отвешивают в алюминиевый стакан прибора 25 г сухого цельного молока. Затем при помешивании, небольшими порциями, приливают 200 мл дистиллированной воды температурой 20°.

После этого алюминиевый стакан со смесью ставят под электрическую мешалку*, включают ток и смесь сильно перемешивают в продолжении 30 сек. со скоростью мешалки 400 об/мин. Алюминевый стакан с раствором сухого молока удаляют из-под мешалки, оставляют спокойно стоять 5 мин., снимают с поверхности раствора пену и, перемешав смесь, наливают ее в коническую центрифужную пробирку до метки в 50 мл**.

Пробирку закрывают резиновой пробкой и центрифугируют 15 мин. со скоростью 800 об/мин.

После центрифугирования жидкость отсасывают сифоном настолько возможно полнее, не затрагивая осадка. Затем добавляют в пробирку около 25 мл дистиллированной воды температурой 20°.

* Электросмеситель состоит из электромотора на 35—40 ватт, укрепленного на штативе реостата, позволяющего регулировать скорость оборотов, и алюминиевого стакана на 250 мл высотой 11,5 см и с наружным диаметром 8 см.

Мотор имеет стержень длиной 23 см, оканчивающийся пропеллерной мешалкой. Длина мешалки 7 см, максимальная ширина крыльев 2 см.

** Емкость центрифужной пробирки 50 мл, длина 18,5 см, наружный диаметр 2,5 см. На пробирке наносится двусторонняя градуировка в пределах от 0 до 5 по 0,1 мл и от 5 до 50 мл по 0,5 мл.

смесь тщательно взбалтывают до полного взмучивания осадка, добавляют воды до метки 50 мл и пробирку снова центрифугируют 15 мин. После этого отсчитывают количество осадка в миллилитрах по делениям, имеющимся на центрифужной пробирке. Пробирку при отсчете держать вертикально так, чтобы верхняя граница осадка находилась на уровне глаз. Граница осадка не всегда бывает расположена горизонтально. Часть границы бывает скошена, — тогда отсчет делают по среднему показанию между показаниями двух сторон.

Сухое молоко высшего сорта должно давать осадка не более 0,5 мл, I сорта — не более 1,2 мл.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА БЕЛКОВ

В пробирку всыпают 2—3 г сухого молока и все вместе взвешивают. Затем сухое молоко осторожно пересыпают в круглодонную колбу с длинным горлом (емкостью около 0,5 л), стараясь, чтобы все молоко было внесено в широкую часть колбы и не было рассыпано по горлу колбы. Пробирку взвешивают вторично и по разности определяют количество взятого сухого молока.

В колбу вносят каплю ртути или небольшое количество (на кончике ножа) медного купюроса. Затем прибавляют 20 мл химически чистой концентрированной серной кислоты (плотностью 1,84) и осторожно перемешивают, слабо нагревая через сетку на малом пламени. Затем пламя усиливают и кипятят до обесцвечивания содержимого в колбе и до исчезновения углистых частиц. Дальше поступают, как описано при определении белков в молоке (стр. 23).

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

Во взвешенный и прокаленный тигель берут навеску сухого молока в 2—3 г и осторожно обугливают на небольшом пламени, после чего пламя прибавляют и прокаливание продолжают до полного сжигания сухого молока, затем охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют процент золы сухого молока.

VIII. СУХОЕ ОБЕЗЖИРЕННОЕ МОЛОКО

Взятие и подготовка проб для анализа проводится, как для сухого цельного молока.

Определение процентного содержания воды, молочного сахара, белков, золы, жира, кислотности и растворимости ведут аналогично таковым определениям в сухом цельном молоке.

Определение процентного содержания жира бутиметрически. Для определения жира в сухом обезжиренном молоке употребляют бутирометр для обезжиренного молока. На точных технических весах отвешивают на чистом листе бумаги

или в чистом сухом стакане 2 г сухого молока. В бутирометр вносят 10 мл H_2SO_4 (плотностью $1,81 = 1,82$), 9 мл дистиллированной воды и 1 мл изоамилового спирта. Дальше определение ведут как в цельном молоке, с той разницей, что центрифугирование проводят 2 раза по 10 мин., каждый раз подогревая в бане, после чего производят отсчет столбика жира. Результат отчета умножают на 5,5, получают процент жира в сухом молоке.

Коэффициент 5,5 получается по расчету:

$$\frac{11}{2}$$

где: 11 — число мл обрата, на которое рассчитана шкала бутирометра,

2 — навеска сухого молока.

Определение градуса кислотности производится так же, как в сухом цельном молоке, но навеску сухого обезжиренного молока берут 1,8 г.

Растворимость определяют так же, как в сухом цельном молоке. Навеска 9 г при определении весовым методом и 18 г при определении методом центрифугирования.

IX. СУХИЕ СЛИВКИ С САХАРОМ И БЕЗ САХАРА

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

Отбор и подготовка для анализа производится так же, как сухого молока (стр. 256).

Процентное содержание жира, сахара и кислотности определяют в разведенных сухих сливках.

Для получения разведенных сухих сливок поступают следующим образом: отвешивают на техно-химических весах 25 г сухих сливок и осторожно переносят их без потерь в мерную колбу емкостью на 250 мл, приливают 100 мл кипящей воды (если предполагается определение сахара поляриметрическим методом *) или теплой воды (температура $30-40^\circ$), все хорошо перемешивают, охлаждают до 20° и доливают дистиллированной водой до метки. Перемешав, используют раствор для определений.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Определение процентного содержания воды высушиванием при $100-105^\circ$ производится в навеске сухих сливок, как в сухом молоке (стр. 256).

Процентное содержание воды экспресс-методом определяют так же, как в сухом молоке.

*) Кипящая вода прибавляется для устранения мультиротации.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) Весовой метод

Определение производится из навески, как в сухом молоке (стр. 257).

б) Бутирометрический метод

Определение из разведенных сухих сливок
В молочный бутирометр вливают 10 мл серной кислоты (плотностью 1,82—1,825), 11 мл разведенных сухих сливок и 1 мл изоамилового спирта. Определение производится так же, как в цельном молоке (стр. 14). Результат показания бутирометра умножают на разведение, т. е. на 10.

Определение в отдельной навеске. В сливочный весовой бутирометр наливают 10 мл серной кислоты (плотностью $1,81 = 1,82$), 7,5 мл воды и 1 мл изоамилового спирта. На листочке пергаментной бумаги на технохимических весах с точностью до 0,01 отвешивают 2,5 г сухих сливок. Определение дальше ведут так, как описано для сливок (стр. 196). Результат показания бутирометра умножают на 2.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

В химический стаканчик отвешивают с точностью до 0,01 г 16 г сухих сливок. Затем небольшими порциями при тщательном помешивании и растирании комочков сухих сливок стеклянной палочкой приливают 30 мл дистиллированной воды с температурой 30°. После получения однородной (без комочков) массы, ее переводят через воронку в мерную колбу емкостью 100 мл, смывая стакан и воронку небольшими порциями воды с температурой 20°. Доводят температуру раствора в мерной колбе до 20° и доливают до метки водой с той же температурой. Закрыв колбу пробкой, несколько раз переворачивая ее, перемешивают содержимое. Дальше определяют кислотность раствора, как в молоке.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) Иодометрический метод

Приготовление фильтрата из разводки сухих сливок с сахаром. В колбу емкостью 250 мл наливают 150—200 мл дистиллированной воды, отмеривают туда же пипеткой 25 мл разведенных сливок. Прибавляют для осаждения белков 5 мл раствора CuSO_4 (раствор 1-й жидкости Фелинга, реактив 15) и 1 мл 1,0N раствора NaOH взбалтывают, добавляют дистиллированной воды до метки и, снова тщательно перемешав, оставляют стоять час, после чего фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. Фильтрат служит для определения сахара.

Приготовление фильтрата из навески сухих сливок. 2,5 г сухих сливок с сахаром, отвешенных в химический стаканчик или бюксу, осторожно, без потерь, переносят небольшим количеством теплой (температура 45—50°) дистиллированной воды в колбу емкостью 250 мл, охлаждают, приливают 150—200 мл дистиллированной воды, прибавляют для осаждения белков 5 мл раствора медного купороса и далее, как выше.

В подготовленном таким образом фильтрате сухих сливок определение свекловичного сахара ведут, как указано для сгущенного молока (стр. 233), беря для определения 25 мл фильтрата.

Количество миллиграммов свекловичного сахара, найденное для 25 мл фильтрата, умножают на 4 (соответствует 1 г сухих сливок) и на 100,— получают процентное содержание свекловичного сахара.

Из полученной цифры свекловичного сахара в сухих сливках вычитают 1,66. Например, в сухих сливках иодометрическим методом определено 18% свекловичного сахара; действительное содержание свекловичного сахара в сухих сливках будет: $18 - 1,66 = 16,34\%$.

б) Поляриметрический метод

25 г сухих сливок с сахаром отвешивают в химический стакан емкостью 100 мл и при размешивании стеклянной палочкой постепенно приливают 50 мл кипящей воды. Раствор переводят в мерную колбу емкостью 250 мл, обмывая стакан 100—150 мл кипящей воды. После этого раствор в колбе охлаждают до 20°, добавляют 8 мл раствора основного уксуснокислого свинца, взбалтывают, добавляют 3 мл насыщенного раствора фосфорнокислого натрия (Na_2HPO_4) и, размешав, оставляют стоять 10—15 мин. Доливают до метки дистиллированной водой (температура 20°), колбу сильно встряхивают и через 15 мин. содержимое ее фильтруют через плотный складчатый сухой фильтр в сухую колбу. Когда весь раствор будет профильтрован, берут 75 мл фильтрата в мерную колбу на 100 мл, добавляют на кончике шпателя глинозем, не встряхивая, доливают до метки дистиллированной водой (температура 20°), взбалтывают, тотчас же фильтруют в сухую колбу. Далее определение ведут, как при сгущенном молоке с сахаром (стр. 237).

Получают вращение до инверсии p и после инверсии i .

Вычисление процентного содержания сахарозы производят по формуле:

$$x = K(p - i),$$

где: x — процентное содержание сахарозы,
 p — показание шкалы до инверсии,
 i — после инверсии.

Коэффициент K выводится из следующей формулы:

$$K = \frac{100 \cdot 0,26 \cdot 235 \cdot 4}{132 \cdot 66 \cdot 75} = 2,454.$$

Величина осадка принята постоянной, в 15 мл на 25 г продукта.

Табл. 38 дает готовые цифры расчета процентного содержания сахарозы по разности в показаниях сахарометра до и после инверсии.

Таблица 38

Вычисление сахарозы в сухих сливках по разности в показаниях сахариметра до и после инверсии

Разность показаний p-i	Содержание сахара (в %)	Разность показаний p-i	Содержание сахара (в %)	Разность показаний p-i	Содержание сахара (в %)
3,9	9,58	5,4	13,26	6,9	16,95
4,0	9,82	5,5	13,51	7,0	17,19
4,1	10,07	5,6	13,76	7,1	17,44
4,2	10,32	5,7	14,00	7,2	17,68
4,3	10,56	5,8	14,25	7,3	17,93
4,4	10,81	5,9	14,49	7,4	18,17
4,5	11,05	6,0	14,74	7,5	18,42
4,6	11,30	6,1	14,98	7,6	18,67
4,7	11,54	6,2	15,23	7,7	18,91
4,8	11,79	6,3	15,47	7,8	19,16
4,9	12,03	6,4	15,72	7,9	19,40
5,0	12,28	6,5	15,96	8,0	19,65
5,1	12,53	6,6	16,21		
5,2	12,77	6,7	16,46		
5,3	13,02	6,8	16,70		

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕРМЕТИЧНОСТИ ЖЕСТЯНЫХ БАНОК.

Жестяные банки с молочными консервами освобождают от этикеток, моют и помещают в один ряд в предварительно нагретую до кипения воду, взятую примерно в четырехкратном количестве по отношению к весу банки. После погружения банки температура воды должна быть не ниже 80° и уровень воды на 2—3 см выше верхней крышки банки.

Появление струйки пузырьков воздуха в каком-либо месте банки указывает на ее негерметичность. Банки выдерживают в воде при непрерывном наблюдении 2—3 мин.

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕРИЛЬНОСТИ

Образцы стерилизованного молока подвергают бактериологическим исследованиям, или выдерживают в термостате при температуре 30—40° в течение 14 дней. В содержимом банок не должно при этом развиваться брожения, что обнаруживается вздутием донышек (крышек) банок. Для определения стерильности берут не менее 5% банок данной партии.

8. ОТКРЫТИЕ КОНСЕРВИРУЮЩИХ И ПОСТОРОННИХ ВЕЩЕСТВ

а) Открытие соды

В пробирку наливают 5 мл разводки сгущенного молока или другого консерва, 5 мл 96%-ного спирта и 2 капли 1%-ного спиртового раствора розоловой кислоты. Закрыв пробирку пробкой, взбалтывают содержимое. Молоко, к которому прибавлена сода, принимает розовую окраску. При этом на стенках пробирки отсутствуют хлопья казеина, которые обычно появляются при смешении равного объема молока без соды с 96%-ным спиртом.

б) Открытие буры и борной кислоты

5 мл разведенного сгущенного молока или другого консерва смешивают с 3—4 каплями концентрированной соляной кислоты. Сыловотку отфильтровывают и смачивают ею чувствительную куркумовую бумажку. Потом бумажку высушивают на часовом стеклышке на водяной бане. Если в молоке содержится бура или борная кислота, то куркумовая бумажка окрасится в вишневый цвет; в противном случае она сохранит свой желтый цвет.

в) Открытие салициловой кислоты

50 мл разводки сгущенного молока или другого консерва нагревают до 60°, прибавляют 4 капли уксусной кислоты и 4 капли 10%-ного раствора азотнокислой ртути, перемешивают и фильтруют. Полученный фильтрат взбалтывают с 25 мл серного эфира, который растворяет салициловую кислоту. Эфирный раствор выпаривают на водяной бане и к нему прибавляют несколько капель 1%-ного раствора хлорного железа. Присутствие салициловой кислоты обнаружится интенсивной фиолетовой окраской осадка.

Нав
0,001, в
Высуши
в эксик
на час.
чивают,
Сод

где: х —
а —
б —
в —

Опре
при тем

20 г
того с
взвешен
вании
После
ратуры
ную та
ную ко
ного 20
темпера
0,5 часа
раствор
водой и
трически

МОЛОЧНЫЕ СОЛОДОВЫЕ ПРОДУКТЫ

I. СОЛОД

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Навеску в 5—10 г размолотого солода, взятую с точностью до 0,001, высушивают в сушильном шкафу при температуре 102—105°. Высушивание продолжается в течение 4 час. После охлаждения в эксикаторе, взвешивают. Затем ставят снова в сушильный шкаф на час. Если убыль в весе не больше 0,005 г, то высушивание заканчивают, если же больше, то высушивание продолжают.

Содержание воды вычисляют по формуле:

$$x = \frac{100 (b - v)}{b - a},$$

где: x — процентное содержание воды,

a — вес пустой бюксы,

b — вес бюксы с солодом до высушивания,

v — вес бюксы с солодом после высушивания.

Определение воды можно производить высушиванием солода при температуре 120° в течение 55 минут.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАСТАТИЧЕСКОЙ СИЛЫ

20 г тонко размолотого солода или такое же количество растертого с водой в ступке зеленого солода помещают в предварительно взвешенный стакан. В него приливают 450 мл воды и при помещении выдерживают час на водяной бане при температуре 40°. После этого содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры и добавляют в него воды до общего веса 520 г и полученную таким образом солодовую вытяжку фильтруют. Затем в мерную колбу на 200 мл отмеривают 100 мл приготовленного буферного 2%-ного раствора растворимого крахмала (реактив 81) и при температуре 20° прибавляют 5 мл солодовой вытяжки. По истечении 0,5 часа осахаривание крахмала прекращают, добавляя 3 мл 1,0 N раствора едкого натрия. Содержимое стакана доводят до метки водой и определяют количество образовавшейся мальтозы иодометрически.

Для этого 50 мл полученного раствора мальтозы отмеривают в коническую колбу емкостью 200—250 мл, приливают из бюретки 25 мл 0,1 N раствора иода и 3 мл 1,0 N раствора едкого натрия. Раствор перемешивают и оставляют на 5 мин., затем подкисляют 4,5 мл 1,0 N раствора серной кислоты и избыток иода оттитровывают 0,1 N раствором гипосульфита (прибавления крахмала в качестве индикатора не требуется).

Количество 0,1 N раствора иода, идущего на реакцию с мальтозой; должно находиться в пределах 5—15 мл, в противном случае повторяют определение, изменяя количество солода при изготовлении солодовой вытяжки.

Так как в растворе при определении мальтозы часть иода расходуется на вещества, попадающие в раствор из солодовой вытяжки и крахмала, то для расчета иода, израсходованного на мальтозу, необходимо сделать поправки на расход иода на солодовую вытяжку и крахмал.

Для установления количества иода, пошедшего на солодовую вытяжку, отмеривают 12,5 мл солодовой вытяжки, прибавляют к ней 37,5 мл воды, 25 мл 0,1 N раствора иода, 3 мл 1,0 N раствора едкого натрия и перемешивают, выдерживают 5 мин. и добавляют 4 мл 1,0 N раствора серной кислоты. Полученную жидкость титруют 0,1 N раствором гипосульфита в присутствии крахмала. Количество иода, расходуемого на буферный раствор крахмала, находят аналогично предыдущему определению, для чего 25 мл буферного раствора крахмала и 25 мл дистиллированной воды помещают в коническую колбу емкостью 200—250 мл, приливают в нее 10 мл 0,1 N раствора иода, 3 мл 1,0 N раствора едкого натрия, выдерживают 5 мин., добавляют 4 мл 1,0 N раствора серной кислоты и титруют 0,1 N раствором гипосульфита.

1 мл 0,1 N раствора иода соответствует 17,1 мг мальтозы.

Величину диастатической силы определяют по формуле:

$$ДС = [a - (\frac{б}{10} + в)] \cdot К \cdot 17,1,$$

где: ДС — диастатическая сила,

а — количество 0,1 N раствора иода, расходуемого на мальтозу,

б — количество 0,1 N раствора иода, связанного солодовой вытяжкой.

в — количество 0,1 N раствора иода, связанного раствором крахмала,

К — коэффициент разведения солодовой вытяжки, равный при употреблении:

10 г солода	— 4
20 " "	— 2
40 " "	— 1

Пример. Влажность солода 3,6%. На обратное титрование иода при определении мальтозы израсходовано 11,2 мл 0,1 N раствора гипосульфита, расход иода выразится $25 - 11,2 = 13,8$ мл 0,1 N раствора.

12,5 мл солодовой вытяжки потребовали $25 - 20,3 = 4,7$ мл 0,1 N раствора иода. На растворимый крахмал (25 мл) израсходовано $10 - 9,5 = 0,5$ мл 0,1 N раствора иода.

$$\text{Отсюда: } \text{ДС} = (13,8 - (\frac{4,7}{10} + 0,5) \cdot 2 \cdot 17,1 - 438,8.$$

При расчете на сухое вещество солода диастатическая сила равна:

$$\frac{438,8 \cdot 100}{100 - 3,6} = 455,2,$$

Нормально светлые солода на сухое вещество должны показывать ДС, равную 160—340; темные 70—120.

II. СОЛОДОВЫЙ ЭКСТРАКТ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКОНЧАНИЯ ПРОЦЕССА ОСОЛАЖИВАНИЯ

На фарфоровую или стеклянную пластинку стеклянной палочкой наносят 1—2 капли солодового экстракта и смешивают с 2—3 каплями 0,02 N раствора иода (реактив 20). Необходимо следить, чтобы пластинка и солодовый экстракт не были нагретыми.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

Пробу солодового экстракта, взятого из танка или бака, доводят до температуры в 20° и, во избежание образования пены, осторожно выливают в цилиндр. В случае появления в цилиндре пены ее осторожно сдувают с поверхности экстракта или снимают кусочком фильтровальной бумаги, наполнив для этого цилиндр солодовым экстрактом до краев. Слив, если нужно, из цилиндра избыток экстракта, в него осторожно погружают сахариметр, стараясь не смочить его шейку выше уровня, на котором сахариметр останавливается.

Показания сахарометра отсчитывают, держа глаза на уровне поверхности жидкости, по верхнему краю мениска. Деление на шкале сахариметра, приходящееся на уровне жидкости, показывает процентное содержание сухого остатка в солодовом экстракте. Для определения процентного содержания сухого остатка в солодовом экстракте пригодны сахариметры со шкалой 5—15 или 10—20, в зависимости от плотности экстракта.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ

10 мл солодового экстракта отмеривают в коническую колбу, добавляют 20 мл воды и 3 капли 1 %-ного раствора фенолфталеина, титруют 0,1 N раствором щелочи до ясного розового окрашивания. Количество миллилитров щелочи, пошедшее на титрование, умножают на 10, — получают кислотность в градусах.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ МАЛЬТОЗЫ

20 мл солодового экстракта вносят пипеткой в мерную колбу емкостью 250 мл. Приливают около 100 мл дистиллированной воды, смешивают; затем приливают 5 мл раствора Фелинга № 1 и 2 мл 1,0 N раствора NaOH. Перемешивают, доливают до метки дистиллированной водой, снова перемешивают, дают постоять 15 мин. и фильтруют. В 25 мл фильтрата определяют мальтозу (стр. 268). Вычисление процентного содержания мальтозы производят по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 1,71}{2},$$

где: x — процентное содержание мальтозы,
 a — разница между количеством мл гипосульфита, пошедших на титрование 25 мл иода и рабочего раствора.
1,71 — количество мальтозы (в г), соответствующее 1 мл 0,1 N раствора гипосульфита, умноженное на 100,
2 — содержание солодового экстракта в 25 мл раствора, взятого для титрования.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ДЕКСТРИНОВ

50 мл профильтрованного солодового экстракта выпаривают в фарфоровой чашке до объема 5—7 мл. Приливают 25 мл 96°-ного спирта, перемешивают стеклянной палочкой и дают постоять 15 мин., после чего фильтруют через небольшой бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают три раза 96°-ным спиртом, смывая каждый раз предварительно чашку и палочку. После промывания осадка воронку с фильтром помещают в горло мерной колбы емкостью 250 мл. Протыкают фильтр стеклянной палочкой, смывают чашку и палочку горячей дистиллированной водой, сливая воду через тот же фильтр в мерную колбу, и затем полностью смывают в колбу осадок с фильтра; декстрины растворяются в горячей воде. Общее количество воды, употребленное для промывки и растворения, должно быть около 100 мл. После этого инвертируют раствор декстринов, прибавив 10 мл 25 %-ной HCl, помещают колбу в кипящую водяную баню и нагревают в течение 3 час. с обратным холодильником. По окончании инверсии колбу с раствором охлаждают до комнатной температуры, нейтрализуют 25 %-ным раствором NaOH в присутствии метилоранжа, прибавляя щелочь постепенно, при

непрерывном
снова пере
(стр. 268). Вы
формуле:

где: x — пр
 a — ра
ш
0,9 — ко
ра
5 — со
ти

1. ОПРЕДЕЛ

Методика
стракта.

Процент
находят, пр

Пример
вом молоке р

В услов
ные резуль

в специаль

Для это

чтобы шей

метки. Пус

ком взвеш

Определ

с некоторы

можно не

мым соло

молока до

творят

быстро ос

воронку с

по стенке

пены. На

ваются пу

бегая к п

непрерывном перемешивании. Доливают колбу до метки водой, снова перемешивают и определяют декстрозу иодометрически (стр. 268). Вычисление декстрина в переводе на декстрозу ведут по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 0,9}{5},$$

где: x — процент декстринов (декстрозы),
 a — разница между количеством мл 0,1 N гипосульфита, пошедшего на титрование 25 мл иода и рабочего раствора,
0,9 — количество декстрозы (в г), соответствующее 1 мл, 0,1 N раствора гипосульфита, умноженное на 100,
5 — содержание солодового экстракта в 25 мл, взятых для титрования.

III. СОЛОДОВОЕ МОЛОКО

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

а) Сахариметром

Методика определения такая же, как и для солодового экстракта.

Процентное содержание сухого остатка в солодовом молоке находят, прибавляя к показанию сахариметра 2.

Пример. Если показание сахариметра 8,5%, то сухой остаток в солодовом молоке равен: $8,5 + 2 = 10,5\%$.

б) Пикнометрическим способом

В условиях заводского производства вполне удовлетворительные результаты дает упрощенный пикнометрический метод не в специальных пикнометрах, а в мерных колбах.

Для этого мерные колбы емкостью 250—100 мл обрезают так, чтобы шейка у них оканчивалась не выше чем на 1,5—2 см от метки. Пустую мерную колбу, колбу с водой и с солодовым молоком взвешивают на техно-химических весах с точностью до 0,01 г.

Определение ведут обычным пикнометрическим методом (стр. 138) с некоторым упрощением; так, перед наполнением мерной колбы ее можно не высушивать, а тщательно ополоснуть 2—3 раза испытуемым солодовым молоком. Среднюю пробу испытуемого солодового молока доводят до 20° и хорошо перемешивают. Перемешивание повторяют 2—3 раза при наполнении (так как взвешенные частички быстро осаждаются). Колбу удобнее наполнять через небольшую воронку с наискось срезанным кончиком, чтобы жидкость стекала по стенке колбы, во избежание образования большого количества пены. На внутренних стенках колбы и на поверхности часто скапливаются пузырьки воздуха, — их следует обязательно удалить, прибавляя к легкому нагреванию колбы. Пузырьки с поверхности уда-

ляют полосками фильтровальной бумаги. Затем устанавливают верхний мениск на метке колбы. Тщательно протирают внутренние стенки шейки и наружную поверхность колбы и взвешивают.

После взвешивания колбы с солодовым молоком, вычитая вес пустой колбы, находят вес солодового молока в объеме колбы. Деля вес солодового молока при температуре 20° на вес воды в том же объеме, находят относительный вес при температуре 20°/20°. Например:

если а — вес колбы пустой,
 б — вес колбы с водой,
 в — вес колбы с солодовым молоком,
 Д 20°/20° — относительный вес, то:

$$Д\ 20^{\circ}/20^{\circ} = \frac{в - а}{б - а}.$$

Вычисление делают до четвертого десятичного знака.

По найденному относительному весу находят содержание сухого вещества солодового молока, пользуясь табл. 39.

Таблица 39

Определение сухого остатка солодового молока по относительному весу

Относительный вес 20°/20°	Содержание сухого вещества (в %)	Относительный вес 20°/20°	Содержание сухого вещества (в %)	Относительный вес 20°/20°	Содержание сухого вещества (в %)
1,0233	7,3	1,0304	9,3	1,0378	11,3
1,0236	7,4	1,0308	9,4	1,0382	11,4
1,0240	7,5	1,0312	9,5	1,0385	11,5
1,0243	7,6	1,0315	9,6	1,0389	11,6
1,0247	7,7	1,0319	9,7	1,0392	11,7
1,0250	7,8	1,0323	9,8	1,0396	11,8
1,0254	7,9	1,0326	9,9	1,0399	11,9
1,0257	8,0	1,0330	10,0	1,0403	12,0
1,0261	8,1	1,0334	10,1	1,0406	12,1
1,0265	8,2	1,0338	10,2	1,0410	12,2
1,0268	8,3	1,0341	10,3	1,0413	12,3
1,0272	8,4	1,0345	10,4	1,0417	12,4
1,0276	8,5	1,0349	10,5	1,0421	12,5
1,0278	8,6	1,0352	10,6	1,0424	12,6
1,0282	8,7	1,0356	10,7	1,0428	12,7
1,0286	8,8	1,0360	10,8	1,0431	12,8
1,0289	8,9	1,0364	10,9	1,0435	12,9
1,0293	9,0	1,0367	11,0	1,0438	13,0
1,0301	9,2	1,0375	11,2		

Если пользоваться всегда одной и той же мерной колбой известного веса, в которой вес воды установлен, то относительный вес со-

лодового молока в заводских условиях можно определить только одним взвешиванием колбы с испытуемым солодовым молоком, не взвешивая пустую колбу с водой.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Бутирометрический способ

В бутирометр наливают 10 мл серной кислоты плотностью 1,810—1,820, затем 11 мл тщательно перемешанного солодового молока и 1 мл изоамилового спирта. Бутирометры закрывают пробками, встряхивают до растворения белков и помещают в водяную баню с температурой воды 65—70° на 5 мин. После этого центрифугируют в течение 5 мин. со скоростью 1000 об/мин. Вынутые из центрифуги бутирометры помещают в водяную баню с той же температурой и держат там 5 мин. Затем повторяют центрифугирование и подогревание в бане по 5 мин. еще 2 раза. После этого отсчитывают содержание жира. Трехкратное центрифугирование обязательно.

IV. СОЛОДОВОЕ СУФЛЕ

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

Относительный вес суфле определяют пикнометрическим методом так же, как в солодовом молоке.

По найденной величине относительного веса находят содержание сухого остатка в суфле, пользуясь табл. 40.

Таблица 40

Определение сухого остатка суфле по относительному весу

Относительный вес 20°/20°	Процентное содержание сухого вещества	Относительный вес 20°/20°	Процентное содержание сухого вещества	Относительный вес 20°/20°	Процентное содержание сухого вещества	Относительный вес 20°/20°	Процентное содержание сухого вещества
1,0490	13,0	1,0520	14,0	1,0574	15,8	1,0652	18,4
1,0496	13,2	1,0526	14,2	1,0580	16,0	1,0658	18,6
1,0502	13,4	1,0532	14,4	1,0586	16,2	1,0664	18,8
1,0508	13,6	1,0538	14,6	1,0592	16,4	1,0670	19,0
1,0514	13,8	1,0544	14,8	1,0598	16,6	1,0676	19,2
1,0550	15,0	1,0628	17,6	1,0604	16,8	1,0682	19,4
1,0556	15,2	1,0634	17,8	1,0610	17,0	1,0688	19,6
1,0562	15,4	1,0640	18,0	1,0616	17,2	1,0694	19,8
1,0568	15,6	1,0646	18,2	1,0628	17,4	1,0700	20,0

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

Жир определяют бутирометрическим методом так же, как в солодовом молоке.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) По методу Лейне-Эйнона

20 мл испытуемого солодового суфле отвешивают на техно-химических весах с точностью 0,01 г в маленьком стакане и переносят без потерь в мерную колбу на 500 мл, смывая стакан дистиллированной водой. Общее количество жидкости в колбе должно быть 250—300 мл. Затем добавляют 10 мл 30%-ного раствора нейтрального уксуснокислого свинца, хорошо перемешивают и оставляют колбу постоять 5—10 мин. Потом в колбу приливают 2 мл насыщенного раствора фосфорнокислого натрия, всю жидкость снова хорошо перемешивают и дают осесть осадку. После этого доливают колбу до метки дистиллированной водой и содержимое тщательно перемешивают, оставляют постоять 5 мин. и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу (раствор 1-й).

Затем в коническую колбу на 100 мл вносят по 5 мл 1-го и 2-го растворов жидкости Фелинга (реактив 15) и из бюретки отмеривают 15 мл полученного 1-го раствора.

Колбу помещают на асбестовую сетку с вырезанным в центре круглым отверстием, прикрытым очень тонким слоем асбеста. Диаметр отверстия должен быть несколько меньше диаметра дна колбы. Колбу нагревают, регулируя пламя так, чтобы довести жидкость до кипения в течение 2 мин. Когда жидкость начнет кипеть, огонь уменьшают и продолжают кипячение при умеренном нагревании.

Как только жидкость примет красный цвет, что обычно бывает спустя 1 мин. после начала кипения, добавляют в нее 5 капель раствора метиленовой синьки и продолжают кипячение. От метиленовой синьки жидкость должна окраситься в синий цвет.

После этого над кипящей жидкостью помещают бюретку с тем же раствором и по истечении 2 мин. от начала кипения, не прерывая его, приливают несколько капель раствора, дают прокипеть несколько секунд и если жидкость покраснеет, то добавляют еще небольшими порциями того же раствора до тех пор, пока жидкость в колбе после нескольких секунд кипячения не станет красной. Моментом окончания реакции надо считать исчезновение синего окрашивания метиленовой синьки. Осадок закиси меди окрашивается всю жидкость в красный цвет. На все титрование с момента закипания жидкости должно идти не более 4 мин. По табл. 41 по количеству израсходованного 1-го раствора находят количество миллиграммов сахаров, восстанавливающих жидкость Фелинга без инверсии* в 100 мл раствора. После окончания титрования 1-го раствора то же самое проделывают с инвертированным раствором (2-й раствор), который готовят следующим образом: берут

* Табл. 41 составлена для инвертного сахара. Результат опытных работ показал, что таблицей можно пользоваться при исследовании солодового суфле, в котором содержится: мальтоза, лактоза, глюкоза и декстрины, из которых некоторые также восстанавливают Фелингову жидкость.

з. п. т. 50
5 мл соляной
200 мл дестил
термометр и
рей 75—80°
с 8—10°, ее п

Количество
1-го и 2-го
растворов
(в мл, по-
шедших на
титрование)

15,0

15,5

16,0

16,5

17,0

17,5

18,0

18,5

19,0

19,5

20,0

20,5

21,0

21,5

22,0

22,5

23,0

23,5

24,0

24,5

25,0

25,5

26,0

26,5

27,0

После
лизуют по
ливая рас
стиллиров
так же, к
в миллигр

пипеткой 50 мл 1-го раствора в мерную колбу на 100 мл, прибавляют 5 мл соляной кислоты (120 мл HCl плотностью 1,19 доводят до 200 мл дистиллированной водой), перемешивают, опускают в колбу термометр и помещают колбу в водяную баню, температура которой 75—80°. Когда температура жидкости в колбе поднимется до 68—70°, ее поддерживают 5 мин., все время помешивая жидкость.

Таблица 41

Количество 1-го и 2-го растворов (в мл, пошедших на титрование)	Количество редуцированного сахара в 100 мл раствора (в мг)	Количество 1-го и 2-го растворов (в мл, пошедших на титрование)	Количество редуцированного сахара в 100 мл раствора (в мг)	Количество 1-го и 2-го растворов (в мл, пошедших на титрование)	Количество редуцированного сахара в 100 мл раствора (в мг)
15,0	336	27,5	187,1	39,5	132,5
15,5	326	28,0	183,7	40,0	130,2
16,0	316	28,5	180,7	40,5	128,7
16,5	307	29,0	177,6	40,5	128,7
17,0	298	29,5	174,7	41,0	127,1
17,5	290	30,0	171,7	41,5	125,7
18,0	282	30,5	169,0	42,0	124,2
18,5	274,5	31,0	166,3	42,5	122,8
19,0	267	31,5	163,8	43,0	121,5
19,5	260,8	32,0	161,2	43,5	120,0
20,0	257,5	32,5	158,9	44,0	118,7
20,5	248,7	33,0	156,5	44,5	117,5
21,0	242,9	33,5	154,4	45,0	116,2
21,5	237,4	34,0	152,2	45,0	116,2
22,0	231,8	34,5	150,1	45,5	115,0
22,5	227,0	35,0	147,1	46,0	113,7
23,0	222,0	35,0	147,1	46,5	112,6
23,5	217,7	35,5	145,9	47,0	111,4
24,0	213,1	36,0	143,9	47,5	110,3
24,5	208,9	36,5	142,1	48,0	109,2
25,0	204,8	37,0	140,2		
25,5	201,1	37,5	138,4	48,5	108,2
26,0	197,4	38,0	136,6	49,0	107,2
26,5	193,9	38,5	135,0	49,5	106,1
27,0	190,4	39,0	133,0	50,0	105,4

После этого жидкость охлаждают до 20° и осторожно нейтрализуют по лакмусовой бумажке, брошенной в колбу, медленно приливая раствор 1,0 N едкого натра, и доводят до объема 100 мл дистиллированной водой (2-й раствор). Оттитровывают 2-й раствор так же, как и первый, и находят по табл. 41 количество сахаров в миллиграммах в 100 мл испытуемого раствора.

Содержание свекловичного сахара в солодовом суфле вычисляют по следующей формуле:

$$X = \frac{(2A - B)5}{B} \cdot 0,95,$$

где: X — процентное содержание сахара,
A — мг инвертного сахара, найденного по табл. 41 при определении после инверсии,
2. — число, показывающее степень разведения для инверсии,
B — мг инвертного сахара, найденного по табл. 41 при определении до инверсии,
B — навеска продукта,
0,95 — коэффициент для пересчета инвертного сахара на сахарозу.

б) Иодометрический метод

Свекловичный сахар определяют иодометрическим методом так же, как в сгущенном молоке (стр. 233).

V. СГУЩЕННОЕ СОЛОДОВОЕ МОЛОКО

Взятие проб сгущенного солодового молока, подготовка пробы, разводка для анализа производятся так же, как и в сгущенном молоке с сахаром (стр. 228).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

Определение ведется так же, как и в сгущенном молоке с сахаром (стр. 229).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

б) Бутирометрический метод

В молочный бутирометр отмеривают 10 мл H_2SO_4 (плотностью 1,81—1,82), 11 мл хорошо перемешанной разводки солодового сгущенного молока и 1 мл изоамилового спирта. Дальше поступают так же, как с солодовым молоком (стр. 273). Трехкратное центрифугирование обязательно. Результаты отсчета шкалы бутирометра умножают на разведение, т. е. на 2,5.

б) Весовой метод

Определение ведется, как в молоке (стр. 22).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ СВЕКЛОВИЧНОГО САХАРА

а) Иодометрический метод

Определение производится так же, как в сгущенном молоке с сахаром с раствором до и после инверсии (стр. 233).

Полученный результат умножается на 17,1 и на разведение.

б) Метод Лейне-Эйнона

10 г средней пробы солодового сгущенного молока отвешивают в стаканчик и переносят без потерь в мерную колбу на 250 мл, смывая сгущенное молоко теплой дистиллированной водой. Охлаждают раствор до 20° и доливают до метки дистиллированной водой. 20 мл этого раствора пипеткой переносят в мерную колбу на 500 мл и дальше поступают так же, как при определении сахара в суфле (стр. 274).

Содержание свекловичного сахара вычисляют по формуле:

$$x = \frac{(2A - B)}{8} \cdot 0,95,$$

в которой все обозначения те же, что и в формуле вычисления свекловичного сахара в суфле, за исключением цифры 8, выражающей количество сгущенного солодового молока (в г), содержащегося в 20 мл разводки (100 : 250).

VI. СУХОЕ СОЛОДОВОЕ МОЛОКО

Пробы для исследования берутся так же, как в сухом молоке. Учитывая сильную гигроскопичность сухого солодового молока, навески надо брать быстро, пробы не оставлять открытыми.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Определение воды высушиванием при температуре 102—105° производится, как в сухом молоке (стр. 256).

Экспресс-метод. Высушивание при 125° в сушильном шкафу производится так же, как в сухом молоке (стр. 256), но продолжается 30 мин.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА

а) Весовой метод

Определение процентного содержания жира производится, как в сухом молоке (стр. 257).

б) Бутирометрический метод

Навеска в 2,5 г сухого солодового молока берется на технико-химических весах с точностью до 0,01 г в маленький химический стакан с носиком. К сухому солодовому молоку прибавляют около 10 мл серной кислоты (плотностью 1,48), растворяют при нагревании и содержимое выливают в сливочный бутирометр. Стакан и палочку обмывают несколько раз небольшими порциями серной кислоты той же крепости. Всего серной кислоты добавляют около 9 мл. Затем в бутирометр приливают 1 мл изопропилового спирта. Бутиро-

метр закрывают пробкой и содержимое его перемешивают. Затем бутирометр на 5 мин. ставят в водяную баню при 65°. Центрифугируют 5 мин. и после 5-минутной выдержки в водяной бане при 65° повторяют центрифугирование еще 2 раза. После выдержки в водяной бане производят отсчет. Процент жира находят умножив результат на 2.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ

В стакан емкостью на 150—200 мл отвешивают 2,5 г сухого солодового молока. К нему небольшими порциями, при тщательном растирании комочков сухого молока палочкой, добавляют 20 мл дистиллированной воды, нагретой до 65°. После растворения сухого молока раствор охлаждают, добавляют еще 40 мл дистиллированной воды, 3 капли 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,1 N раствором NaOH до слабозеленой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Количество миллилитров 0,1 N раствора NaOH, пошедшее на титрование, умножают на 40 и получают общую кислотность в градусах.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ ЗОЛЫ

Определение золы производится, как в сухом молоке (стр. 261).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКОВ

Белки определяют, как в сухом молоке (стр. 261). Коэффициент пересчета полученного количества азота на белки 6,32.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КОЛИЧЕСТВА УГЛЕВОДОВ

2,5 г солодового сухого молока отвешивают в маленьком химическом стакане с носиком на техно-химических весах с точностью до 0,01. Навеску растворяют в небольшом количестве теплой дистиллированной воды (около 10 мл) и переводят в мерную колбу на 100 мл, обмывая стакан несколько раз дистиллированной водой. Раствор в колбе охлаждают до 20°, осаждают 2,5 мл CuSO_4 и 0,5 мл 1,0 N NaOH, доливают водой до метки, взбалтывают и фильтруют. Из приготовленного таким образом раствора отмеривают 1 мл в колбу емкостью 500 мл, добавляют 30 мл 0,1 N раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, раствор перемешивают, после чего медленно приливают при помешивании 20 мл концентрированной серной кислоты. Жидкость должна принять оливковый цвет, но не зеленый. Если жидкость окрашивается в зеленый цвет, опыт повторяют еще раз с разбавлением раствора в 2 раза.

Через 15 мин. содержимое колбы разбавляют 300 мл дистиллированной воды и оставляют еще на 15 мин. для охлаждения раствора. Затем добавляют около 0,2 г иодистого калия и огтитровывают выделившийся иод 0,1 N раствором гипосульфита. Количество миллилитров $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, пошедших на реакцию, умножают на условный коэффициент 0,73 и для вычисления общего количества углеводов в процентах полученное число помножают на разведение.

VII. СУХОЙ СОЛОДОВЫЙ САХАР

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЦЕНТНОГО СОДЕРЖАНИЯ МАЛЬТОЗЫ

Навеску в 3 г сухого солодового сахара растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 250 мл. Отфильтровывают раствор и к 25 мл фильтрата, помещенного в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 25 мл 0,1 N раствора иода, затем (при помешивании) 3 мл 1,0 N раствора едкого натрия, оставляют на 5 мин. после чего подкисляют раствор 8 мл 0,5 N соляной или серной кислоты и титруют 0,1 N раствором гипосульфита в присутствии крахмала.

Одновременно производят холостой опыт: к 25 мл 0,1 N раствора иода приливают 3 мл нормального раствора едкого натрия, оставляют на 5 мин., подкисляют 8 мл 0,5 N соляной или серной кислоты и титруют 0,1 N раствором гипосульфита.

Расчет производят по следующей формуле:

$$x = \frac{(b - a) \cdot 1,71}{0,3},$$

- где:
- x — процентное содержание мальтозы в солодовом сахаре,
 - a — мл 0,1 N гипосульфита, пошедшее на титрование раствора сахара,
 - b — мл гипосульфита, пошедшее на титрование слепого опыта
 - 1,71 — мл мальтозы, соответствующее 1 мл 0,1 раствора иода умноженное на 100,
 - 0,3 — количество солодового сухого сахара в 25 мл фильтрата.

Определение процентного содержания воды проводится, как в сухом молоке (стр. 255).

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

1. Раствор двуххромовокислого калия и натрия для консервирования молока. Раствор двуххромовокислого калия или натрия готовится из технических препаратов: $K_2Cr_2O_7$ (хромпик) и $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$. Для консервирования проб молока применяются обычно 10%-ные водные растворы.

При температуре 15° 10-процентный раствор хромпика является насыщенным, поэтому хромпик можно не отвешивать, а готовить насыщенный раствор. В таком растворе, когда температура опускается ниже 15° , часть $K_2Cr_2O_7$ выкристаллизовывается и концентрация падает, вот почему при употреблении раствора хромпика температура его не должна быть ниже 15° .

Хромпик растворяется медленно. Для лучшего растворения кристаллы хромпика растирают в ступке и растворение ведут при частом помешивании при нагревании до температуры $50-60^\circ$.

Растворимость двуххромовокислого натрия при температуре 15° 63,5 процента. Двуххромовокислый натрий кристаллизуется с 2 частицами воды, поэтому для консервирования проб молока готовят раствор несколько крепче 10-процентного, а именно 12—15-процентный. Растворяется двуххромовокислый натрий легко.

Двуххромовокислые соли ядовиты, поэтому обращаться с ними следует осторожно.

2. Серная кислота различной плотности. Для определения жира в молоке и молочных продуктах пользуются серной кислотой различной плотности. Обычно продажная серная кислота имеет плотность 1,84, и нужную концентрацию приходится делать в лаборатории.

Для этой цели определяют ареометром плотность имеющейся серной кислоты при температуре, близкой к 20° (в пределах $15-25^\circ$). Если температура кислоты выше 20° , то на каждый градус разницы между температурой кислоты и 20° к показанию ареометра прибавляют 0,001 и отнимают 0,001, если температура кислоты ниже 20° .

Расчет количества добавленной воды для разведения серной кислоты производят по следующей формуле:

$$X = \frac{K \cdot П (C_1 - C_2)}{C_2},$$

где: X — количество воды (в л), которое нужно добавить для разбавления,
K — количество серной кислоты (в л), подлежащее разбавлению,
П — плотность кислоты до разбавления при температуре 20° ,
 C_1 — содержание серной кислоты (в %) до разбавления,
 C_2 — то же после разбавления.

Белачины С
Например: име
кислоту плотно
ствующие указ
в формулу циф

Плотность при температуре $15^\circ/4^\circ$	Содержание серной кислоты (в вес. %)
1,499	59,70
1,509	60,65
1,519	61,59
1,529	62,53
1,539	63,43
1,549	64,26
1,559	65,00
1,569	66,00
1,579	66,90
1,589	67,80

т.е. на 1 л и
Разбавлен
лянной посу
гревания) ил
кислоту в в
ями, так как
гревание и
выбросить к
Для пра
для того, чт
локе метод
серной кисл
3. Изо
употребляю
спиртов бро
спиртом.
Изоами
товатый от
пения 128-
Опреде
лой ниже
ра изоами
ям ареоме

Величины C_1 и C_2 находят по таблице 42.

Например: имеется 1 л серной кислоты плотностью 1,8366; нужно приготовить кислоту плотностью 1,8136. По таблице 42 находят, что концентрации, соответствующие указанным плотностям, будут 94,60 и 89,16 процентов. Подставляем в формулу цифровые значения, получаем:

$$x = \frac{1 \cdot 8366(94,60 - 89,16)}{89,16} = 0,112 \text{ л.}$$

Таблица 42

Содержание серной кислоты при различной плотности ее

Плотность при температуре 15°/4°	Содержание серной кислоты (в вес. %)	Плотность при температуре 15°/4°	Содержание серной кислоты (в вес. %)	Плотность при температуре 15°/4°	Содержание серной кислоты (в вес. %)	Плотность при температуре 15°/4°	Содержание серной кислоты (в вес. %)	Плотность при температуре 15°/4°	Содержание серной кислоты (в вес. %)
1,499	59,70	1,599	63,70	1,6988	77,17	1,7986	86,92	1,8306	92,70
1,509	60,65	1,609	69,56	1,7088	78,04	1,7936	87,60	1,8326	93,25
1,519	61,59	1,619	70,42	1,7188	78,92	1,8086	88,30	1,9346	93,30
1,529	62,53	1,629	71,27	1,7288	79,80	1,8136	89,16	1,9366	94,60
1,539	63,43	1,639	72,12	1,7388	80,68	1,8186	90,05	1,8386	95,60
1,549	64,26	1,649	72,96	1,7488	81,56	1,8206	90,40	1,8396	96,38
1,559	65,90	1,659	73,81	1,7588	82,44	1,8226	90,80	1,8401	97,35
1,569	66,09	1,6699	74,66	1,7688	83,51	1,8246	91,25	1,8396	98,20
1,579	66,95	1,6789	75,50	1,7788	84,50	1,8266	91,70	1,8391	98,52
1,589	67,83	1,6689	76,38	1,7888	85,70	1,8286	92,10	1,8386	98,72

т.е. на 1 л кислоты надо добавить 112 мл воды.

Разбавление серной кислоты необходимо производить в тонкостенной стеклянной посуде (во избежание лопания толстостенных бутылей от сильного нагревания) или эмалированной без всяких трещин. Вливать следует обязательно кислоту в воду, а не наоборот, при этом кислоту добавлять маленькими порциями, так как при смешивании серной кислоты с водой происходит сильное нагревание и при вливании воды в кислоту часть воды может обратиться в пар и выбросить кислоту из сосуда.

Для практических целей можно руководствоваться следующим правилом: для того, чтобы получить серную кислоту, годную для определения жира в молоке методом Гербера (плотностью 1,81—1,82), на каждые 100 объемных частей серной кислоты плотностью 1,84 прибавить 10 частей воды.

3. Изоамиловый спирт. Для определения жира по методу Гербера употребляют изоамиловый спирт, представляющий собою смесь амиловых спиртов брожения. В практике обычно этот спирт называют просто амиловым спиртом.

Изоамиловый спирт должен быть прозрачным, бесцветным (допускается желтоватый оттенок), иметь плотность 0,811—0,812 при температуре 20° и точку кипения 128—132°.

Определение плотности изоамилового спирта производят ареометром со шкалой ниже единицы, градуированным при температуре $\frac{20}{4}$. Если температура изоамилового спирта при определении плотности не точно 20°, то к показаниям ареометра нужно внести поправку.

При температуре 12—13° на каждый градус температуры от показаний ареометра отнимают 0,004

14—15° " " 0,003

16—17° " " 0,002

18—19° " " 0,001

При температуре 21—22° к показаниям ареометра прибавляют 0,001

22—23° " " 0,002

24—25° " " 0,003

При определении плотности изоамилового спирта пикнометром при температуре 20° полученную величину умножают на 0,99823, чтобы перевести плотности к температуре $\frac{20^\circ}{4^\circ}$

Для определения температуры кипения изоамилового спирта 100 мл его перегоняют из колбы Вюрца с термометром через холодильник в мерный цилиндр, причем размеры перегонной колбы должны быть, как указано на рис. 85. Для равномерного кипения в колбу бросают несколько стеклянных капилляров.

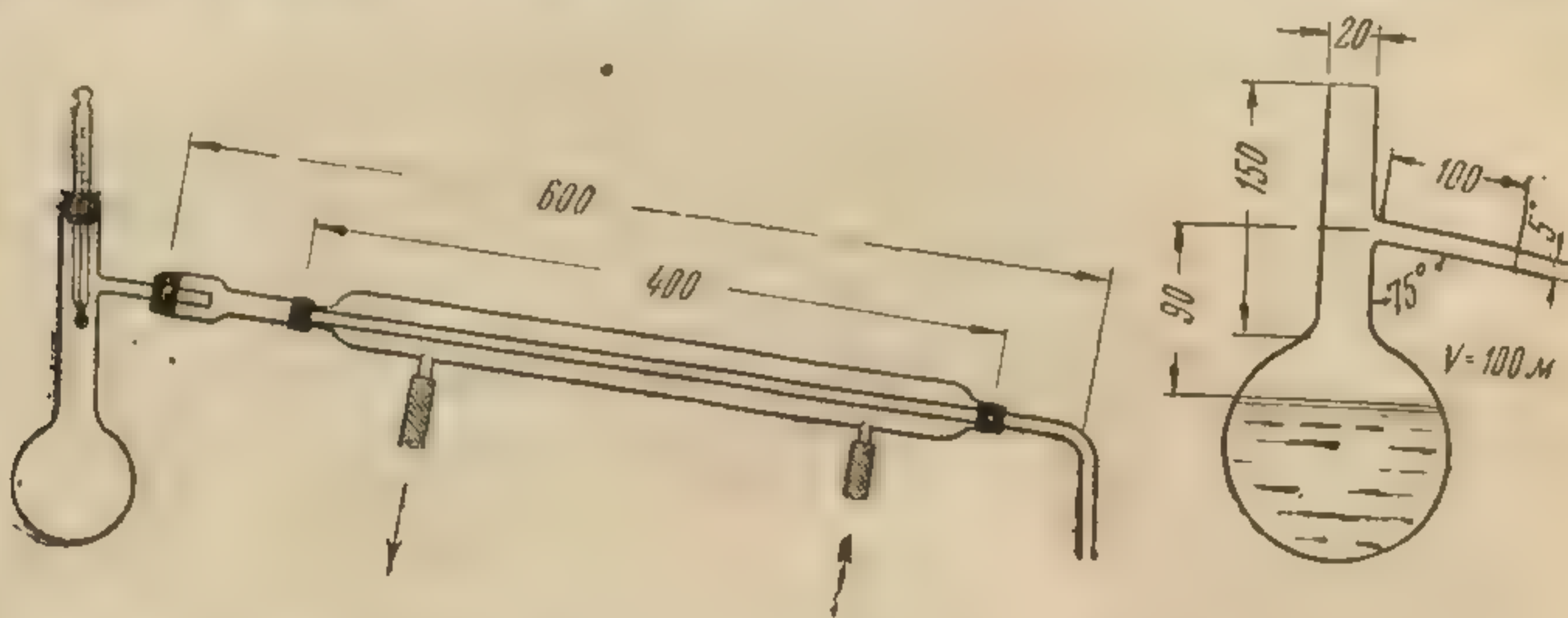


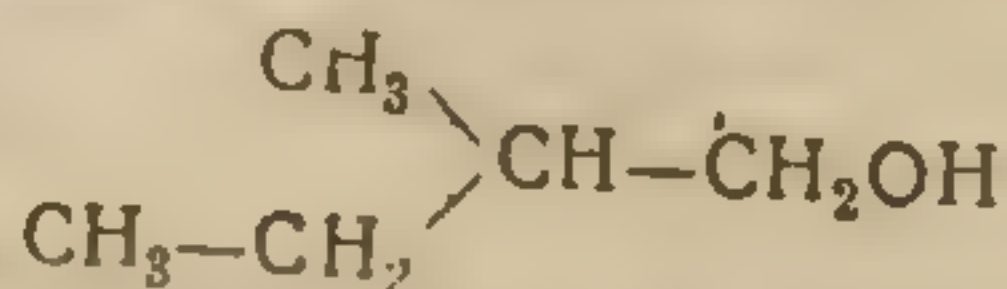
Рис. 85. Перегонный аппарат и колба Вюрца для определения температурных пределов кипения амилового спирта

ров или кусочков кирпича. В отдельные цилиндры собирают три фракции с температурой кипения: 1) до 120°, 2) 120—128°, 3) 128—132°. Скорость перегонки должна быть 4—5 мл в мин. Объемы перегнанных фракций измеряют, равно как и часть, оставшуюся в колбе.

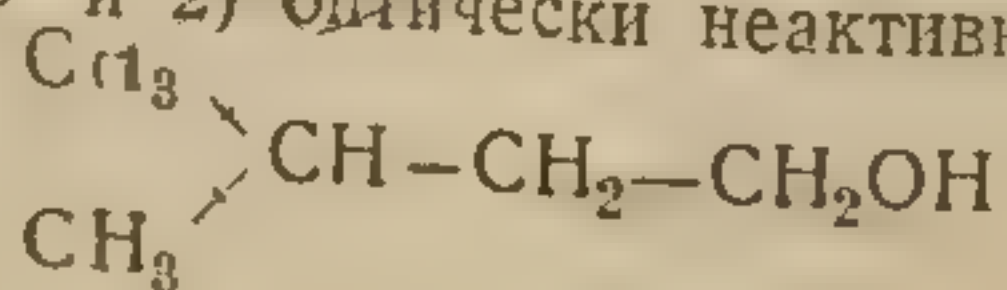
Изоамиловый спирт считают пригодным, если в 1-й фракции отогналось до 2%, во 2-й — до 50%, в 3-й — до 90%, а в 4-й (оставшейся) — 3%. Если спирт не удовлетворяет этим требованиям, то он весь подвергается перегонке, и для работы берут фракцию, кипящую при температуре 128—132°.

Приемлемость изоамилового спирта для определения жира может быть установлена также параллельным определением процента жира в молоке с заведомо пригодным изоамиловым спиртом. При этом испытаниях бутирометры должны быть выверены и парные определения проведены не менее чем на трех образцах различного молока. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,05% жира по шкале бутирометра.

Необходимость исследования изоамилового спирта вытекает из того, что в сивушных маслах из изоамиловых спиртов присутствуют главным образом два спирта: 1) оптически активный-метил-2-бутанол-1:



с температурой кипения 128° и 2) оптически неактивный-метил-2 бутанол-4:



с температурой кипения 130° в небольших количествах нормальный первичный амиловый спирт: $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$ с температурой кипения 138° . Источником образования этих спиртов является не сахар, а белковые аминокислоты — изолейцин, лейцин и, вероятно, норлейцин.

Плотность для метил-2-бутанол-4 при $14,6/4^{\circ}$ 0,8142, при $25^{\circ}/4^{\circ}$ 0,8061, для метил-2-бутанол при $20^{\circ}/4^{\circ}$ 0,816.

4. Раствор Дьякова 150 г NaOH , 40 г сегнетовой соли $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ и 10 г хлористого натрия растворяют в 1 л воды и отфильтровывают в бутыл с резиновой пробкой.

5. Реактив «Волмин». 300 мл воды и 25 г кристаллического углекислого натрия $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ или 9,3 г безводной Na_2CO_3 ; 27 мл изоамилового спирта с температурой кипения $128\text{--}132^{\circ}$; 150 мл винного спирта; судан-3 0,025 — 0,05 г (последний, впрочем, не обязателен).

Кристаллический углекислый натрий растворяется в дистиллированной или прокипяченной водопроводной воде. К содовому раствору приливают в указанном количестве спирты. Отмеривание спиртов необходимо производить точно, так как от этого зависит точность результатов. Раствор после взбалтывания готов к употреблению.

При стоянии раствора избыток соды частично кристаллизуется, причем некоторое уменьшение в ее концентрации в растворе на результатах не отражается. Столбик жира в бутирометре прозрачный, светлый, жидкость бледножелтого цвета, граница между ними ясно видна. Однако для более резкого контраста цветов жирового столбика и жидкости бурометра, а следовательно, и более резкой границы между ними целесообразно жировой столбик окрашивать суданом III. В этом случае жидкость в бутирометре бледножелтая, а жировой столбик окрашивается в яркокрасный цвет. При употреблении судана-3 его навеску предварительно растворяют в указанных спиртах реактива, а затем вливают в содовый раствор.

6. Реактив «бурат». 10 г измельченной буры ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) всыпают в 1 л дистиллированной или прокипяченной водопроводной воды и после растворения буры в раствор приливают 82 мл изоамилового спирта (температура кипения $128\text{--}132^{\circ}$) и 600 мл винного 96° -ного спирта. Все хорошо перемешивают и держат в бутылки с резиновой пробкой.

7. Щелочный раствор. 30 г NaOH растирают в ступке (предохранять руки от попадания кусков NaOH) и растворяют при помешивании в 300 мл воды в химическом стакане или колбе. В другом стакане или колбе растворяют 40 г безводного углекислого натрия (безводная сода), также в 300 мл воды, при нагревании до температуры $65\text{--}70^{\circ}$ и, наконец, в третьем стакане 75 г хлористого натрия (поваренной соли). Все растворы смешивают вместе, сливая в мерную колбу или мерный цилиндр емкостью в 1 л и доливают до метки водой. Полученную жидкость отфильтровывают через вату в бутылку и закрывают корковой или резиновой пробкой.

8. Смесь спиртов. 6,5 объемных частей изоамилового спирта смешивают с 10,5 объемными частями винного 96° -ного спирта.

9. Титрованные растворы серной кислоты. При приготовлении титрованных растворов серной кислоты берут концентрированный раствор химически чистой кислоты и разводят его до нужной концентрации дистиллированной водой. Концентрацию кислоты находят по таблице в приложении III, по плотности кислоты, которую определяют ареометром. Например, хотят приготовить 0,1 N раствор серной кислоты. Допустим, что плотность имеющейся серной кислоты при температуре $20^{\circ}/4^{\circ}$ — 1,834. По таблице находим, что указанной плотности соответствует кислота, содержащая 95,6 г чистой кислоты в 100 г. Так

как нам нужно приготовить 0,1 N раствор, то он должен содержать $\frac{1}{10}$ часть грамм-эквивалента серной кислоты в 1 л раствора. Серная кислота двуосновная, поэтому грамм-эквивалент ее равен половине молекулярного веса; отсюда 1 л

0,1 N раствора серной кислоты должен содержать $\frac{98}{2 \cdot 10} \cdot 4,9$ г. Требуемые 4,9 г

кислоты содержатся в $\frac{100 \cdot 4,9}{95,6} = 5,1$ имеющейся кислоты. Концентрированный

раствор кислоты вместо отвешивания удобнее отмерить пипеткой. Поэтому количество граммов кислоты, которое требуется для приготовления 1 л 0,1 N кислоты, переводят в миллилитры по формуле:

$$X = \frac{5,1}{1,84} = 2,8 \text{ мл.}$$

где: X—объем, который должны занимать 5,1 г серной кислоты с плотностью 1,84.

Удобнее приготовить раствор несколько крепче заданной концентрации и добавлением воды довести его точно до такой концентрации, которая требуется. С этой целью берут крепкой серной кислоты несколько более вычисленного количества. В данном случае (0,1 N раствор), отмеривают пипеткой 3 мл серной кислоты (плотностью 1,834) в мерную колбу на 1 л и доливают до метки дистиллированной водой. Приблизительный титр H_2SO_4 определяют титрованием 0,1 N раствором NaOH, для чего отмеривают 25 мл 0,1 N щелочи, добавляют в нее 2—3 капли 0,1-процентного раствора метилоранжа и при постоянном помешивании к раствору щелочи приливают из бюретки серную кислоту до тех пор, пока желтый цвет раствора изменится до оранжевого. Отмечают количество серной кислоты, пошедшей на титрование 25 мл 0,1 N NaOH.

Пусть на 25 мл 0,1 N щелочи пошло 24,5 мл приготовленной серной кислоты. На 25 мл 0,1 N щелочи должно было бы пойти 25 мл 0,1 N серной кислоты, но так как серной кислоты пошло 24,5 мл, то значит она крепче 0,1 N раствора. Чтобы получить 0,1 N раствор, на каждые 25 мл раствора надо добавить 0,5 мл воды, а на 975 мл (1000 мл минус 25 мл, взятых для титрования) надо прибавить

$$\frac{0,5 \cdot 975}{25} = 19,5 \text{ мл.}$$

Прибавив в раствор серной кислоты вычисленное количество воды, окончательное установление титра кислот производят по химически чистому безводному карбонату натрия (Na_2CO_3) или по химически чистой буре ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

По безводному карбонату натрия. Для установки титра кислот употребляют карбонат натрия, приготовленный следующим образом: 35 г чистого бикарбоната натрия (NaHCO_3) растворяют в 350 мл воды, фильтруют и выпаривают фильтрат в фарфоровой чашке при температуре не выше 40° , пока не появятся кристаллы соли. Раствор охлаждают, защитив его от пыли, и оставляют стоять для кристаллизации.

Прозрачный раствор декантируют, промывают кристаллы один раз холодной водой и высушивают, помещая их между листами фильтровальной бумаги. Затем сушат при температуре 120° и сохраняют в банке с притертой пробкой. Для установки титра берут около 0,8 г очищенного бикарбоната в платиновый или фарфоровый тигель, тигель помещают на песчаную баню, погрузив его в песок так, чтобы песок снаружи и бикарбонат внутри тигля были на одном уровне. Когда температура внутри тигля достигнет $260 - 265^\circ$, держат при ней 30 мин., помешивая и не поднимая температуру выше 270° во избежание разложения Na_2CO_3 . Если получается спекание или плавление массы, для установки титра берут новую порцию. Охлаждают тигель в эксикаторе и берут навески Na_2CO_3 по 0,2-0,25 г для установки титра.

Навеску Na_2CO_3 переносят без потерь в коническую колбу на 250 мл, смывая небольшими порциями дистиллированной воды. Затем прибавляют 2-3 капли 0,1%-ного раствора метилоранжа и при постоянном помешивании приливают из бюретки раствор кислоты, титр которой устанавливают до тех пор, пока желтый цвет раствора не перейдет в оранжевый. Для удаления углекислоты в работах высокой точности раствор нагревают до кипения, охлаждают колбу, погружив ее в холодную воду, и продолжают титрование ставшего опять желтым раствора до появления оранжевого окрашивания, на что идет обычно не больше 0,1-0,2 мл кислоты. Вторичное появление оранжевого окрашивания считают конечным пунктом реакции.

Установление титра производят по трем отдельным навескам безводной соды и из трех определений берут среднее.

Например, были взяты три навески безводной соды:
0,2032 г, 0,2341 г, 0,2001 г.

В среднем вес навески будет:

$$\frac{0,2032 + 0,2241 + 0,2001}{3} = 0,2091,$$

На титрование этих навесок пошло приготовленного раствора H_2SO_4 38,2 мл, 39,0 мл, 37,6 мл,

$$\text{В среднем } \frac{38,2 + 39,0 + 37,6}{3} = 38,3.$$

Так как грамм-эквивалент H_2SO_4 равен $\frac{98}{2} = 49$, а грамм-эквивалент

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{106}{2} = 53, \text{ то:}$$

$$49 - 53$$

$$38,3 \times 0,2091,$$

откуда определяем титр кислоты x :

$$x = \frac{49 \cdot 0,2091}{38,3 \cdot 53} = 0,00504.$$

Раствор, приготовленный H_2SO_4 немного крепче 0,1 N раствора. Поправку K для раствора кислоты определяют по отношению:

$$K = \frac{0,00490}{0,00504} = 0,972.$$

При титровании какого-либо раствора количество пошедших миллилитров H_2SO_4 умножают на эту величину и получают количество миллилитров точно 0,1 N H_2SO_4 , пошедшей на титрование.

По буре. Химически чистую буру $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ дважды перекристаллизуют из воды и высушивают сначала между листами фильтровальной бумаги, а потом до постоянного веса в эксикаторе, имеющем относительную влажность 50% (насыщенный раствор $\text{NaBr} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Высушенную буру хранят в банке с хорошо притертой стеклянной пробкой. При доступе воздуха бура легко может потерять часть кристаллизационной воды и превратиться в пентагидрат. Для установки титра берут три навески буры по 0,4—0,6 г, растворяют в 200 мл дистиллированной воды и прибавляют по 8 капель 0,02%-ного водного раствора метилрот. Титруют раствором кислоты до перехода окраски из желтой в красную. Расчет титра кислоты производят так же, как и при установке титра карбонатом натрия. Грамм-эквивалент

$$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = \frac{381,43}{2} = 190,71.$$

10. Титрованные растворы едкого натрия: а) 0,1 N раствор едкого натрия. Титрованный 0,1 N раствор едкого натрия готовят из «химически чистого» или «чистого» едкого натрия. Однако как первый, так и второй едкий натрий обычно содержит углекислый натрий, благодаря воздействию на едкий натр воздуха, содержащего углекислый газ. Поэтому при изготовлении титрованных растворов едкого натрия нужно освободиться от углекислых солей, для чего поступают следующим образом. Приготавливают насыщенный раствор едкого натрия, растворяя его в таком же по весу количестве дистиллированной воды. Получается раствор NaOH приблизительно 16 N, в котором углекислый натрий не растворим. Дают раствору отстояться и для приготовления 0,1 N раствора едкого натрия берут 0,65—0,70 мл отстоявшегося насыщенного прозрачного раствора NaOH на 1 л свежeproкипяченной и охлажденной до температуры в 20° дистиллированной воды. Воду охлаждают, в больших колбах, в пробки которых вставлены изогнутые хлоркальцевые трубки с натронной известью, чтобы воздух в колбы поступал после освобождения от углекислоты.

Приготовленный таким образом раствор NaOH не содержит углекислоты и после прибавления нескольких миллилитров раствора хлористого бария (BaCl_2), должен оставаться совершенно прозрачным.

Если раствор NaOH не был приготовлен с достаточной тщательностью и содержит углекислые соли, то после добавления BaCl_2 появляется муть BaCO_3 . В этом случае необходимо удалить углекислые соли полностью осаждением их достаточным количеством раствора BaCl_2 , прибавляя его небольшими порциями и испытывая после его добавления на полноту осаждения. Для этого отфильтровывают небольшое количество раствора NaOH и в пробирке к раствору добавляют несколько миллилитров BaCl_2 . Если появляется муть, ко всему раствору добавляют еще BaCl_2 . Когда все углекислые соли удалены, раствор NaOH оставляют в покое для отстаивания мути, после чего совершенно прозрачный раствор осторожно сливают сифоном с осадка в другую склянку.

Приготовленный раствор NaOH, освобожденный от углекислых солей, сохраняют защищенным от попадания в него углекислого газа в склянках с плотно закрывающимися резиновыми пробками (стеклянные пробки «заедает») или в склянках с сифоном и хлоркальциевой трубкой, наполненной натрошной известью.

Приготовив раствор едкого натрия, устанавливают титр его 0,1 N раствором H_2SO_4 или HCl , подгоняя его возможно ближе к 0,1 N раствору. Окончательный титр устанавливают, пользуясь растворами янтарной или щавелевой кислоты.

Янтарная кислота двухосновная кристаллизуется без воды и не выветривается, как ряд других кислот. Молекулярный вес янтарной кислоты 118, грамм-эквивалентный вес $118:2 = 59$.

Щавелевая кислота — также двухосновная, кристаллизуется с 2 молекулами воды, на воздухе легко выветривается, теряя часть воды, поэтому всегда нужно пользоваться свежеперекристаллизованной щавелевой кислотой. Молекулярный вес щавелевой кислоты 126,05. Грамм-эквивалент ее равен;

$$\frac{126,05}{2} = 63,025.$$

Для установки точного титра раствора NaOH отвешивают в бюксах на аналитических весах несколько навесок янтарной или щавелевой кислот, приблизительно по 0,1 г каждая. Затем содержимое бюксы высыпают (без потерь) в небольшой химический стакан. Бюксу взвешивают и определяют точную навеску кислоты. К кислоте в стакане приливают около 20 мл дистиллированной (свободной от CO_2) воды, растворяют кислоту в ней, прибавляют 2 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют приготовленным раствором едкого натрия. По количеству миллилитров раствора едкого натрия, пошедших на титрование, находят титр (количество г NaOH в 1 мл раствора) приготовленного раствора NaOH при титровании янтарной кислоты по следующему расчету, так как грамм-эквивалент янтарной кислоты равен 59, а NaOH равен 40,01, то

$$59 - 40,01 \quad a - b \cdot X \quad X = \frac{40,01 \cdot a}{59 \cdot b},$$

где: X — титр NaOH,

a — навеска янтарной кислоты,

b — количество мл едкого натрия, пошедших на титрование янтарной кислоты.

Пример. Пусть сделали три навески янтарной кислоты: 1) 0,1140, 2) 0,1231 и 3) 0,1064 г.

Средний вес навесок составляет:

$$\frac{0,1140 + 0,1231 + 0,1064}{3} = 0,1145 \text{ г.}$$

На титрование этих навесок пошло приготовленного раствора NaOH: 18,87; 20,40 и 17,77 мл, в среднем:

$$\frac{18,87 + 20,40 + 17,77}{3} = 19,01 \text{ мл.}$$

Вычисляем титр NaOH:

$$59 - 40,01$$

$$0,1145 - 19,01 \cdot x$$

$$x = \frac{0,1145 \cdot 40,01}{59 - 19,01} = 0,004084$$

Титр приготовленного раствора будет 0,004084.

$$\text{Поправочный коэффициент } K = \frac{0,004001}{0,004084} = 0,9797,$$

на который и умножают при работе количество израсходованного едкого натрия, приводя число к точно 0,1 N раствору.

При необходимости иметь точно 0,1 N раствор приготовленный раствор едкого натрия приводят к 0,1 N раствору. Для этого имеющееся количество приготовленного раствора едкого натрия умножают на поправочный коэффициент, из полученного числа вычитают количество имеющегося раствора, разность дает то количество воды, которое нужно прибавить, чтобы получить точно 0,1 N раствор.

Пример. Приготовлено раствора едкого натрия 10 л, поправочный коэффициент 1,015. Количество воды, которое нужно прибавить к 10 л раствора, равняется $10 \cdot 1,015 - 10 = 0,15$ л.

б) Приготовление титрованных растворов из «фиксачал»

Институт химических реактивов выпускает для приведения объемных определений в специальных ампулах «фиксанал» — титрованные концентрированные растворы или точные навески сухих реактивов, из которых разведением водой точно до объема в 1 л получается 0,1 N раствор. Перед употреблением с ампулы смывают надпись теплой водой или спиртом. Содержимое ампулы переводят в мерную колбу.

Для этого в мерную литровую колбу вставляют специальную воронку (рис. 86) со стеклянным бойком, вложенным острым концом вверх. Ампулу дают падать

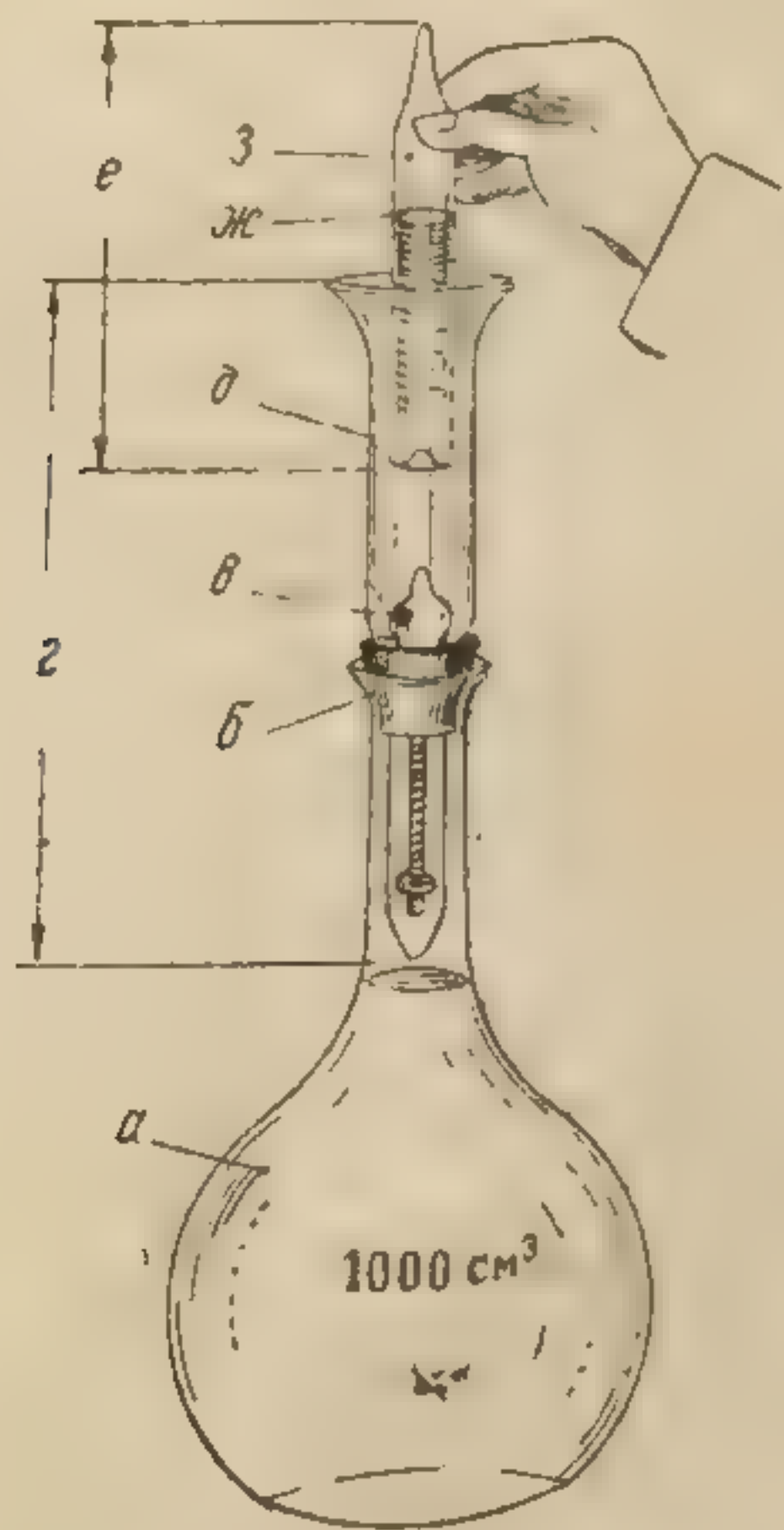


Рис. 86. Вскрытие ампулы «фиксанал»

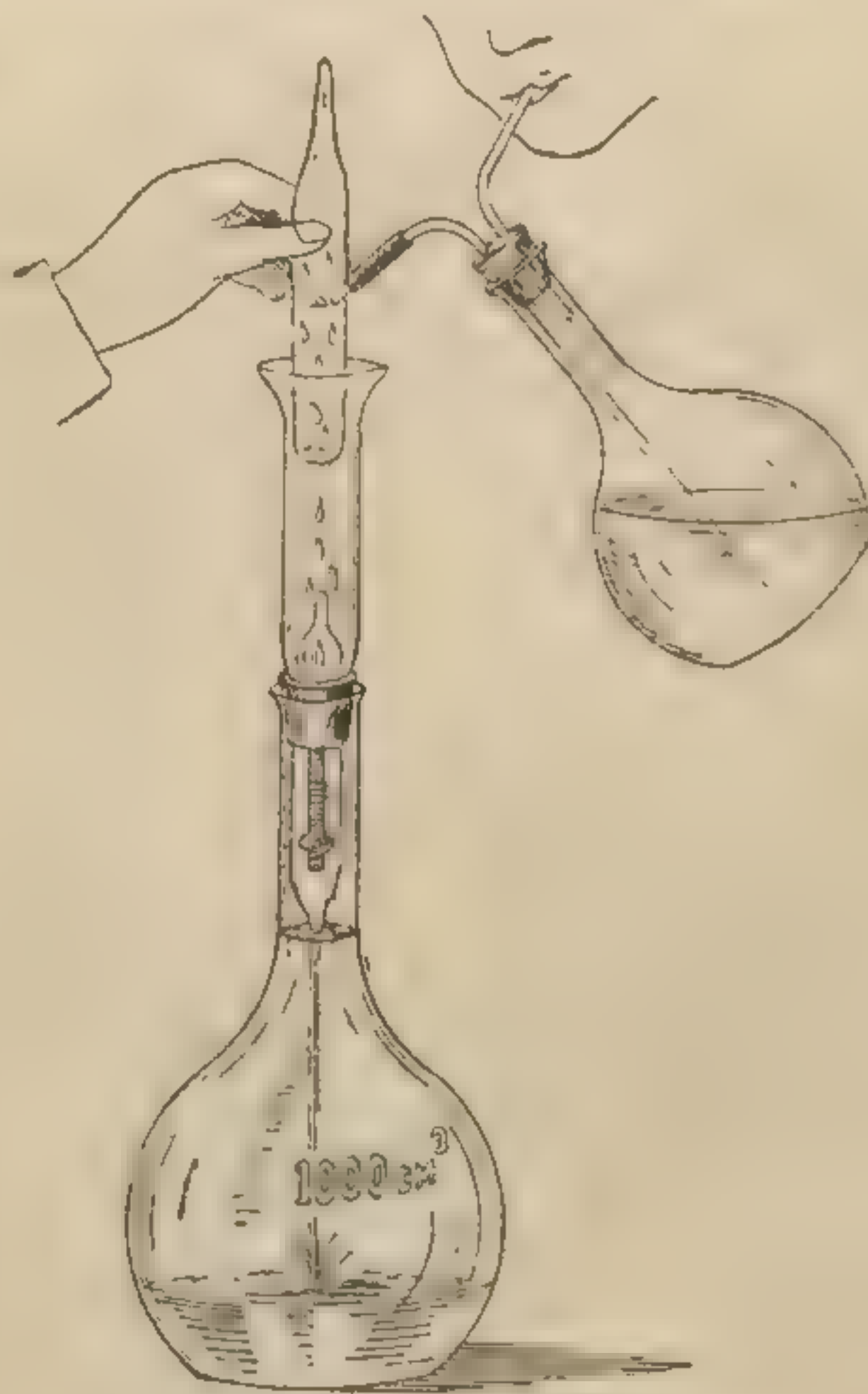


Рис. 87. Промывание ампулы «фиксанал»

свободно так, чтобы ударом о заостренный конец бойка разбилось тонкое дно ампулы. После этого при помощи второго стеклянного бойка продавливают боковое углубление ампулы и, не изменяя положения последней, тщательно ополаскивают ее внутри дистиллированной водой из промывалки со специальным наконечником.

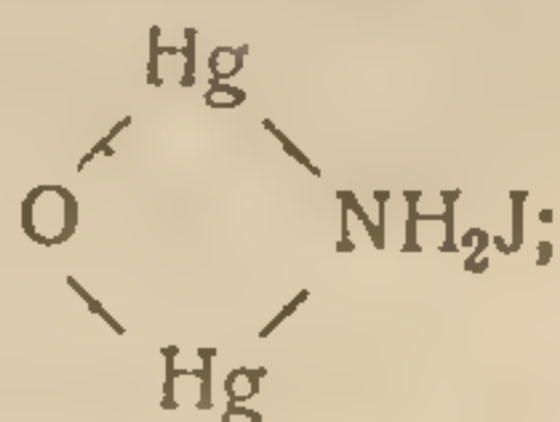
ком (рис. 87). Колбу доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают раствор. Содержимое ампул с сухим препаратом переносят в мерную колбу так же, как описано выше, только воронка должна быть сухой. После тщательной промывки ампулы в колбу добавляют дистиллированной воды до 1/2 объема и перемешивают содержимое колбы до полного растворения препарата и только после этого колбу доливают дистиллированной водой до метки, закрывают пробкой и вновь тщательно перемешивают раствор.

11. Вода без аммиака. Воду без аммиака получают вторичной перегонкой лабораторной дистиллированной воды, слабо подкисленной H_2SO_4 .

12. Реактив Несслера. 30 г KJ и 22 г J растворяют в толстостенной склянке емкостью 100 мл в 20 мл дистиллированной воды, прибавляют 30 г металлической ртути и взбалтывают в течение 10 мин., пока жидкость не посветлеет. Горячий раствор охлаждают и взбалтывают до тех пор, пока жидкость не примет зеленоватого цвета. После чего жидкость с ртути сливают в сосуд, имеющий метку на объем 400 мл, промывают ртуть несколько раз дистиллированной водой и доливают до метки. После перемешивания отмеривают в склянку (емкостью до 500 мл) 75 мл этого раствора, добавляют 75 мл дистиллированной воды и 350 мл 10%-ного раствора NaOH (свободного от карбонатов). Дают раствору отстояться несколько дней и употребляют, как реактив, совершенно прозрачный раствор.

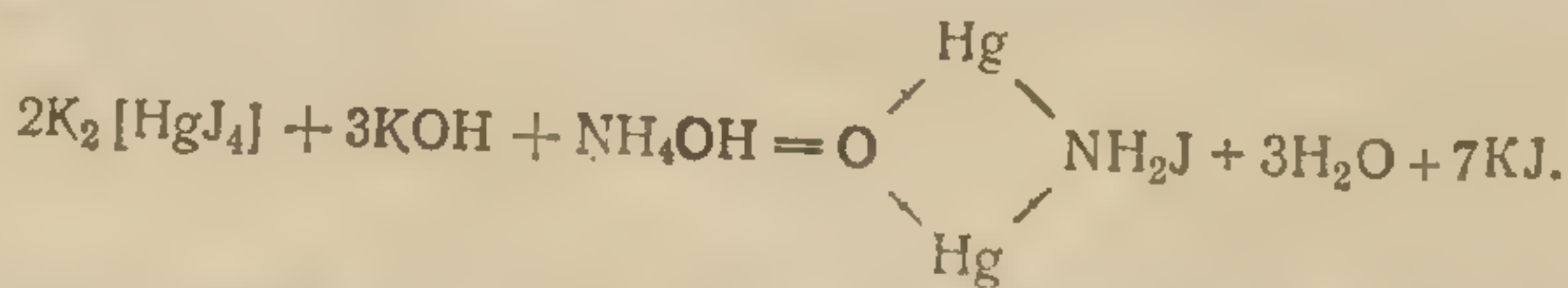
Реактив необходимо сохранять в темном месте в хорошо закупоренной пробкой склянке, приготавливая его на дистиллированной воде без аммиака (реактив II).

Сущность реактива. Реактив Несслера представляет собой щелочный раствор меркуриодида калия K_2HgJ_4 . Этот реактив, будучи прибавлен к воде, содержащей NH_4 , образует иодид меркуриаммония:



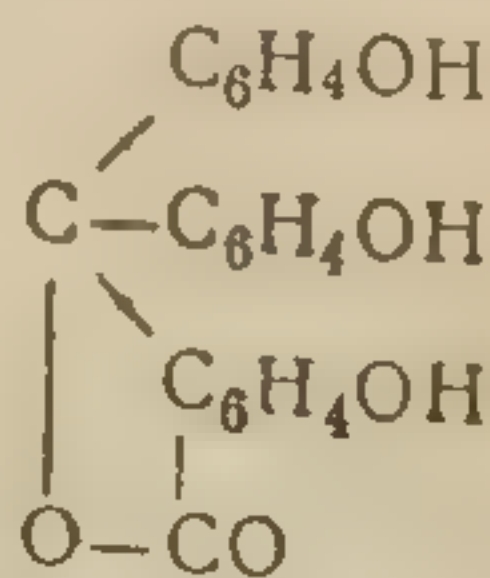
который обладает большой красящей силой и окрашивает воду в заметно желтый цвет.

При очень малых количествах аммиака окраска появляется лишь спустя некоторое время. С более значительными количествами аммиака или солей аммония тотчас образуется желтое окрашивание, переходящее затем в оранжевое. В присутствии больших количеств NH_4 иодид меркуриаммония выпадает в виде бурого осадка:



13. Стандартный раствор $(NH_4)_2SO_4$. Растворяют 0,4716 г химически чистого $(NH_4)_2SO_4$ в мерной колбе на 1 л в дистиллированной воде. 1 мл этого раствора вносят пипеткой в мерную колбу на 50 мл, добавляют туда 0,5 мл химически чистой H_2SO_4 , доводят дистиллированной водой до метки и взбалтывают. 5 мл этого раствора содержат 0,01 г азота.

14. Раствор фенолфталеина. Фенолфталеин.



имеет вид белого или желтовато-белого порошка. В воде растворяется с трудом, хорошо в алкоголе, серном эфире. Обычно применяются спиртовые растворы.

Для приготовления 2%-ного спиртового раствора отвешивают 2 г фенолфталеина и растворяют его в 50 мл 95%-ного этилового спирта, после чего доводят до объема 100 мл. Так же готовят 0,5%-ный и 1%-ный растворы только с соответствующим уменьшением навески фенолфталеина.

15. Жидкость Фелинга. 1-й раствор Фелинга: 69,25 г перекристаллизованной чистой сернокислой меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе емкостью в 1 л в дистиллированной воде. Раствор доводят до метки.

2-й раствор Фелинга: 346 г сегнетовой соли растворяют при слабом нагревании в 600 мл дистиллированной воды и фильтруют; после этого добавляют к фильтрату 103,2 г NaOH , растворенного предварительно в 200 мл дистиллированной воды, сливают все в мерную колбу емкостью в 1 л. Раствор доводят до метки водой и перемешивают.

16. Трубка-фильтр (см. рис. 29) состоит из трубки тугоплавкого стекла длиной 12—15 см, диаметром 1,3—1,5 см. Один конец ее вытягивают до 0,4—0,6 см и пропускают в резиновую пробку, плотно вставленную в горло колбы отсасывания. В трубку на стеклянный шарик кладут крупноволокнистый чистый асбест, предварительно прокипяченный в растворе едкой щелочи, затем в азотной кислоте и промытый сначала водопроводной, а потом дистиллированной водой до нейтральной реакции. Асбестовые волокна прижимают аккуратно стеклянной палочкой так, чтобы образовалась пробка в 1—1,5 см высоты. Затем пускают под небольшим разрежением насос и заливают фильтр горячей водой с разболтанным в ней мелким асбестом. Частицы асбеста закрывают крупные поры. Слой мелкого асбеста должен быть толщиной в 0,5—1 см.

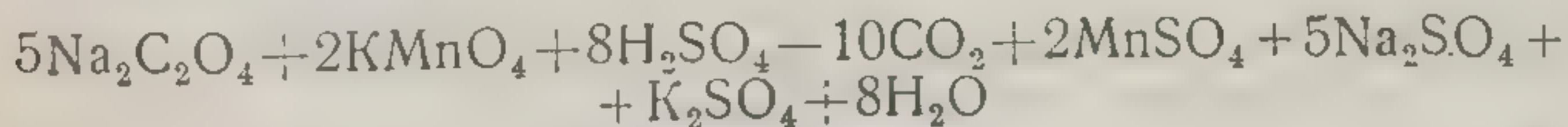
17. Раствор сернокислой окиси железа. 50 г химически чистого сернокислого окисного железа растворяют в небольшом количестве воды, переводя раствор в мерную колбу емкостью 1 л, и осторожно добавляют 200 мл химически чистой серной кислоты (плотностью 1,84), все время перемешивая. После остывания раствора добавляют дистиллированной воды до метки и снова перемешивают.

18. Раствор железо-аммиачных квасцов. В колбу емкостью около 500 мл вливают 250 мл воды и готовят насыщенный раствор, для чего берется 86 железо-аммиачных квасцов $(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Раствор фильтруют в мерную литровую колбу, добавляют 25 мл концентрированной H_2SO_4 , охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

19. Раствор марганцево кислото калия. Для определения сахара по объемному методу растворяется 4,98 г KMnO_4 в 1 л дистиллированной воды.

Титр KMnO_4 устанавливают по щавелевой кислоте $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, по щавелевокислему аммонiu $(\text{NH}_2)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ или по щавелевокислему натрию $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Лучшим веществом для установки титра является $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Реакция идет по уравнению:



Навеску в 0,25—0,3 г (взвешенную с точностью 0,001 г) чистого высушенного при температуре 105—110° щавелевокислого натрия, щавелевокислого аммония, или щавелевой кислоты переносят в коническую колбу, растворяют в 60 мл дистиллированной воды и прибавляют 15 мл разбавленной (1:8) химически чистой серной кислоты. Раствор нагревают до температуры 80° и медленно титруют раствором KMnO_4 до появления не исчезающего бледнорозового окрашивания. Титрование ведут при непрерывном помешивании. Новую порцию KMnO_4 добавляют только после исчезновения окраски, появляющейся от предыдущей порции KMnO_4 . К концу титрования температура раствора не должна быть ниже 60°.

При установке титра KMnO_4 в миллиграммах меди вычисление производят по формуле (1) — при титровании щавелевокислого натрия, (2) — для щавелевокислого аммония и (3) — для щавелевой кислоты.

$$x = \frac{a \cdot 0,9488}{b}, \quad (1) \quad x = \frac{a \cdot 0,8946}{b}, \quad (2), \quad x = \frac{a \cdot 1,0086}{b}, \quad (3)$$

где: а — количество щавелевокислого натрия, аммония или кислоты, в мг.,
взятое для титрования,
в — количество (мл) израсходованного KMnO_2 ,
0,9488 — коэффициент перевода количества отвешенного щавелевокислого
натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ на количество меди,
0,8946 — коэффициент перевода количества отвешенного щавелевокислого
аммония $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$,
1,0086 — коэффициент перевода количества отвешенной щавелевой кисло-
ты $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$.

20. 0,1 N раствор иода. 20—25 г химически чистого KI растворяют в
возможно малом количестве воды в литровой колбе, после чего прибавляют
12,7 г иода и взбалтывают до полного растворения. Затем дополняют водой до
метки и снова тщательно перемешивают.

21. 0,1 N раствор серноватистокислого натрия. 24,8 г серно-
ватистокислого натрия растворяют в свежeproкипяченной дистиллированной во-
де в мерной колбе емкостью в 1 л.

Титр раствора устанавливают по 0,1 N раствору химически чистого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
Химически чистый $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ получают двукратной перекристаллизацией его из
водного раствора. Перекристаллизированный $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ высушивают при 150—200°.
Для приготовления 0,1 N раствора 4,9033 г растворяют в горячей воде и перево-
дят в мерную колбу емкостью 1 л. После охлаждения доливают водой до мет-
ки.

При установке титра раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ поступают следующим образом: от-
меривают пипеткой 15—20 мл 10%-ного раствора KI в коническую колбу с
притертой пробкой, затем 5 мл HCl (плотн. 1,19) и из бюретки приливают точно
20 мл 0,1 N раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ закрывают пробкой, смешивают и оставляют в тем-
ном месте на 3—5 мин. для полного выделения иода. После этого добавляют
200 мл воды и титруют из бюретки раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, титр которого устанав-
ливают. Титрование сначала ведут без индикатора. Когда раствор примет свет-
ложелтую окраску, прибавляют 2 мл раствора крахмала (реактив 22) и про-
должают титрование до исчезновения синей окраски и перехода ее в зеленова-
тую, обусловливаемую ионами трехвалентного хрома. Поправку K для раствора
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ вычисляют так же, как при установке титра щелочи (стр. 284).

При определении иодного числа для установки титра $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ пользуются
раствором, содержащим в 1 л 3,8633 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. 1 мл такого раствора освобож-
дает точно 0,01 г иода, а при титровании 20 мл освобождаются 0,2 г иода.

Реакция идет таким образом:



при реакции выделяется иод в количестве: $126,92 \cdot 6 = 761,52$ г

294,212 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ выделяют 761,52 г иода

0,0038634 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ выделяют x иода,

$$\text{откуда: } x = \frac{761,52 \cdot 0,0038634}{294,212} = 0,01 \text{ г}$$

Титрование ведут так же, как указано выше.

Разделив 0,2 г на объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедший на титрование, получа-
ют количество иода, соответствующее 1 мл раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

22. Крахмальный клейстер. 1 г крахмала размешивают с небольшим
количеством холодной воды, после чего приливают тонкой струей при непрерыв-
ном помешивании полученную смесь в 100 мл кипящей воды. Готовый клейстер
еще горячим отфильтровывают в бутылочку, которую закрывают пробкой.
Удобнее разлить крахмал в маленькие бутылочки, закрыть их ватной пробкой и
пропастеризовать в кипятильнике Коха; в таком виде крахмальный клейстер
держится длительное время. Раствор крахмала хорошо предохраняется от порчи
добавлением 20 г чистого хлористого натрия на 100 мл раствора.

23. Насыщенный раствор $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Отвешивают около 20 г BaO в
склянку с резиновой пробкой, добавляют 200 мл свежeproкипяченной и охлаж-

денной дистиллированной воды. Тщательно взбалтывают. Пользуются отстоявшимся прозрачным раствором.

24. Цинковая смесь. Растворяют 25 г сернокислого цинка в воде, затем в другом стаканчике 100 г фосфорнокислого натрия, оба раствора сливают в литровую мерную колбу, образовавшийся осадок фосфорнокислого цинка растворяют разведенной серной кислотой, после чего колбу дополняют до метки водой.

25. 0,004 N раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и установка титра его. Растворяют 1 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в 1 л воды и устанавливают титр раствора посредством раствора железа, приготовленного следующим образом.

Растворяют 10,04 г блестящей, тщательно очищенной железной проволоки в небольшом количестве соляной кислоты, прибавляют к раствору бертолетовой соли и, нагрев до удаления избытка хлора, переливают в мерную литровую колбу и по охлаждению доводят водой до метки.

20 мл приготовленного таким образом раствора железа переносят в мерную литровую колбу, прибавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты и доливают колбу водой до метки. Раствор сохраняется без порчи долгое время. Для установления титра раствора серноватокислого натрия берут пипеткой 10 мл раствора железа (содержащего 2 мг Fe) в коническую колбу емкостью около 300 мл, прибавляют 6 г иодистого калия, 2 мл 6 N раствора соляной кислоты (приблизительно) и доводят водой объем жидкости приблизительно до 200 мл. После этого жидкость титруют при постоянном взбалтывании раствором серноватистокислого натрия до тех пор, пока она не окрасится в очень слабый желтый цвет; прибавляют около 1 мл 1%-ного крахмального клейстера и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания. Количество израсходованного раствора серноватистокислого натрия соответствует 2 мг железа.

26. Раствор азотно-серебряной соли 4,788 г AgNO_3 растворяют в литровой колбе в небольшом количестве дистиллированной воды, прибавляют сюда 110 мл азотной кислоты плотностью 1,4 и 6 г железо-аммиачных квасцов; после растворения объем доводят до 1 л.

27. Раствор роданистого аммония. Вследствие гигроскопичности NH_4CNS для приготовления 0,1 N раствора берут навеску несколько больше, чем требуется теоретически. Растворяют 8 г NH_4CNS и 1 л воды (вместо 7,611 г). Титр раствора устанавливают по 0,1 N раствору AgNO_3 : берут пипеткой 20 мл 0,1 N раствора AgNO_3 , разбавляют таким же количеством воды, добавляют 2—3 мл насыщенного раствора железо-аммиачных квасцов и титруют из бюретки раствором роданистого аммония, титр которого устанавливают, до не исчезающей слабокрасноватой окраски. Поправку K вычисляют, как указано на стр. 284.

Для приготовления 0,1N раствора KCNS берут на 1 л 10 г (вместо 9,7 г).

28. Молибденовый раствор. 150 г молибденовокислого аммония, растворенного в 1 л воды, вливают в 1 л азотной кислоты плотностью 1,2.

29. Свободный от иода раствор поташа. (K_2CO_3) готовят растворением 200 г поташа в 160 мл воды и трех-четырехкратным взбалтыванием в делительной воронке со 150 мл свободного от иода спирта.

30. Свободный от иода спирт получают перегонкой спирта над оксидом кальция.

31. Раствор иодистого калия. Растворяют 0,2616 г химически чистого иодистого калия в 2 л воды. Этот раствор содержит в 0,01 мл 0,000001 иода (1 μ).

32. Реактив закиси железа прибавляют 10—15 капель 5%-ного раствора 1%-ного раствора карболовой кислоты прибавляют 10—15 капель 5%-ного раствора FeCl_2 .

33. Смесь азотной и соляной кислот («царская водка»). Смешивают 2 части концентрированной соляной кислоты и 1 часть дымящей азотной кислоты.

34. Раствор сернокислой окиси ртути. В литровую мерную колбу вносят 50 г красной окиси ртути, 400—500 мл воды, взбалтывают и, не прекращая взбалтывания, приливают концентрированную серную кислоту до полного растворения окиси ртути (на что требуется около 75 мл); колбу доливают до метки водой, жидкость кипятят и фильтруют.

35. Раствор фосфорновольфрамовой кислоты. 120 г фосфата натрия, 200 г вольфрамата натрия растворяют в воде, прибавляют 100 мл 30%-ной H_2SO_4 и доливают до 2 л водой.

36. Раствор молибденового аммония. Растворяют 68 г $MoCl_3$ и 166 г NH_4Cl в литре воды с прибавлением 260 мл 10%-ного раствора аммиака.

37. Магнезимальная смесь. 68 г $MgCl_2$ и 165 г NH_4Cl растворяют в 1 л дистиллированной воды, после чего в раствор прибавляют 260 мл раствора аммиака плотностью 0,96.

38. Нейтральный раствор хлористого кальция. 100 г хлористого кальция ($CaCl_2 \cdot 6H_2O$) растворяют в 250 мл дистиллированной кипяченой воды. Если 30 мл раствора разбавить 20 мл воды, то от одной капли 0,1 N раствора щелочи раствор становится красным при одной капле фенолфталеина и от 0,15 мл 0,1 N раствора кислоты краснеет при добавлении метилоранжа.

39. Стандартный ряд кислот. Смешивают точно 0,05 N растворы молочной и уксусной кислот в количествах, указанных в табл. 54. Затем в каждую пробирку прибавляют: 1 каплю 1%-ного раствора хлорного железа, дистиллированной воды до общего объема в 20 мл и для прочности 3 капли 5%-ного раствора сулемы. Пробирки нагревают 10 мин. на водяной бане, предварительно нагретой до 60°.

Вместо растворов кислот можно приготовить стандартный ряд из 10%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$ и 0,01%-ного раствора конгорот (см. табл. 54).

Стандартные растворы сохраняют в ящике-штативе, с закрывающейся верхней крышкой; в дне штатива против каждой пробирки делается отверстие диаметром в 1,5 см, через которое пропускают отраженный от листа белой бумаги дневной свет и рассматривают интенсивность окрашивания растворов сверху вниз, по длине пробирок.

Таблица 54

Приготовление стандартного ряда кислот

№№ по пор.	0,05 N раствора молочной кислоты		0,05 N раствора уксусной кислоты				10%-ный раствор $K_2Cr_2O_7$ (в мл)	10%-ный раствор конгорота
	мл	градус кислотности	мл	градус кислотности	миллимоли	процент уксусной кислоты		
1	3,4	170	1,6	80	80	0,48	2,3	—
2	3,2	160	1,8	90	90	0,54	3,7	—
3	3,0	150	2,0	100	100	0,60	5,0	—
4	2,0	140	2,2	110	110	0,66	8,0	—
5	2,6	130	2,4	120	120	0,72	11,2	—
6	2,2	110	2,3	140	140	0,84	17,0	—
7	1,8	90	3,4	160	160	0,96	—	0,55
8	1,4	70	3,6	180	180	1,08	—	0,60
9	1,0	50	4,0	200	200	1,20	—	0,65
10	0,6	30	4,4	220	220	1,32	—	0,70

40. 0,1 N раствор $Ba(OH)_2$. Титрованные растворы едкого барита готовятся из продажного кристаллического препарата $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ или безводного $Ba(OH)_2$. Так как раствор едкого барита жадно притягивает углекислоту, то приготовление его должно сопровождаться особыми предосторожностями. Для приготовления

0,1 N раствора едкого барита теоретически требуется $\frac{315,4}{10 \cdot 2} = 15,77$ г $Ba(OH)_2$.

$\cdot 8H_2O$ и $\frac{171,36}{10 \cdot 2} = 8,568$ г $Ba(OH)_2$ на каждый литр раствора. Но так как продажные препараты обычно загрязнены углекислыми солями, то навески берут

несколько больше 16 г $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ и 9 г $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Навеску переводят необходимым количеством горячей ($50-60^\circ$) дистиллированной воды в склянку, закрывают пробкой и время от времени встряхивают до растворения $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Когда останется лишь легкая муть BaCO_3 , раствор оставляют в покое, чтобы дать хорошо отстояться (дня на два); когда BaCO_3 полностью осядет, прозрачную жидкость сливают осторожно сифоном, не взмучивая осадка в бутылку, через которую предварительно в течение 2 час. пропускался ток воздуха, лишенного углекислоты. Для этого воздух предварительно пропускают через промывные склянки с концентрированным раствором KOH или V-образные трубки с натронной известью. Бутылку с раствором $\text{Ba}(\text{OH})_2$ тотчас соединяют с приготовленной бюреткой и хлоркальциевой трубкой, наполненной натронной известью. Установку титра раствора $\text{Ba}(\text{OH})_2$ производят тем же приемом, как и установку титра NaOH (стр. 285). Не рекомендуется раствор разбавлять водой, чтобы не внести углекислоты, вследствие чего раствор помутнеет. Баритовый раствор сохраняется прозрачным до тех пор, пока не содержит углекислоты.

41. 0,025 N раствор $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Титрованный раствор $\text{Ca}(\text{OH})_2$ готовят из негашеной кусковой извести или из гашеной извести-пушонки. Растворимость $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в воде при температуре 20° составляет 1,23 г. Грамм-эквивалент $\text{Ca}(\text{OH})_2 = \frac{74,0}{2} = 37,05$ так что для приготовления 1 л 0,025 N раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$ надо

взять на литр 0,926 г, т. е. приготовить раствор немного слабее насыщенного.

Готовят насыщенный раствор $\text{Ca}(\text{OH})_2$, внося небольшими порциями при постоянном взбалтывании куски негашеной извести или пушонку в бутылку с дистиллированной водой, в таком количестве, чтобы на дне бутылки остался значительный осадок, состоящий из $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и CaCO_3 . Бутылку закрывают плотно пробкой и часто взбалтывают в течение часа. Затем оставляют бутылку в покое до тех пор, пока осадок полностью осядет и жидкость сделается прозрачной. Сифонируют прозрачную жидкость, определяют титр раствора $\text{Ca}(\text{OH})_2$ титрованием с фенолфталеином (как устанавливается титр NaOH — см. стр. 285). Разбавление производят дистиллированной, прокипяченной и охлажденной водой. Раствор следует предохранять от влияния углекислоты при помощи хлоркальциевой трубки, наполненной натронной известью (см. приготовление $\text{Ba}(\text{OH})_2$, стр. 293).

42. Раствор едкого натрия для установления предельной кислотности молока. Для установления предельной кислотности молока пользуются обычно 0,01 N раствором едкого натрия. Это раствор готовят в молочных лабораториях или непосредственно на заводе из 0,1 N раствора едкого натрия, прибавляя к 1 объему 0,1 N щелочи 9 объемных частей дистиллированной воды, в крайнем случае, чистой прокипяченной дождевой воды. 1 мл 0,01 N раствора едкого натрия соответствует $0,1^\circ\text{T}$; следовательно, если взять 10 мл этой щелочи с 2 каплями раствора фенолфталеина и прибавить 5 мл молока, то можно установить предел кислотности в 20° .

При кислотности молока ниже 20°T раствор остается окрашенным в красный цвет, при кислотности 20°T раствор остается окрашенным в красный цвет, при кислотности 20°T и выше — обесцвечивается.

Беря различные количества 0,01 N щелочи, но каждый раз одно и то же количество молока (5 мл), можно установить определение кислотности до любого предела (с 9 мл щелочи — 18°T , с 11 мл — 22°T и т. д.).

Можно и не готовить щелочь точно определенного титра, а сделав раствор щелочи приблизительно требуемой нормальности, установить по титрованному раствору 0,1 N кислоты, какое количество миллилитров его соответствует 10 мл 0,1 N раствора кислоты, и отсюда уже рассчитать, сколько брать щелочи при установлении предельной кислотности.

Пример. Требуется сделать 0,01 N раствор щелочи из приготовленного раствора щелочи на нейтрализацию 9 мл, которой расходуется 10 мл 0,1 N раствора кислоты. Чтобы раствор щелочи соответствовал 0,01 N раствору, нужно взять 0,9 объемных частей приготовленного раствора щелочи и прибавить к ним 9,1 объемных частей дистиллированной воды.

43. Титрованные растворы щелочи из водной вытяжки древесной золы (щелока). Для получения водной вытяжки древесной золы применяют сухую золу, взятую непосредственно из печи или заготовленную заранее, но хранившуюся в сухом помещении в деревянной или металлической бочке (ящике), защищенной от проникновения влаги.

Зола перед применением должна быть просеяна через сито или решето с отверстиями в 1-2 мм, для удаления кусочков угля, камня и других посторонних примесей.

Просеянную золу в стеклянном или глиняном сосуде заливают мягкой колодезной водой или конденсатом пара. На 1 кг золы берут 2 л воды, нагретой до температуры 80—90°.

Смесь золы и воды хорошо вымешивают и оставляют на 6—7 час., лучше всего на ночь. Затем отстоявшийся щелок сливают с осадка, а остаток отжимают через тряпку.

Полученный щелок, не фильтруя, обрабатывают известью. Для этого прибавляют 100 г свежегашеной извести (пушонки). Щелок с известью при частом помешивании оставляют на сутки в прохладном месте.

Раствор образовавшихся едких щелочей (калия и натрия) сливают с осадка (мела), образовавшегося в результате реакции, и фильтруют через фильтровальную бумагу до получения совершенно прозрачной, слегка окрашенной в соломенный цвет жидкости. Она является исходным раствором для приготовления титрованного раствора щелочи, необходимого для определения кислотности молока и молочных продуктов.

Исходный раствор щелочи, при указанных ранее соотношениях воды к золе, получается обычно в 5—6 раз крепче 0,1 N раствора; поэтому для приготовления 0,1 N щелочи его необходимо разбавить дистиллированной водой. Для определения точной степени разбавления исходного раствора производят установку титра по заранее приготовленному точно 0,1 N раствору кислоты.

Установку титра исходного раствора и определение степени его разбавления для получения 0,1 N щелочи производят (как указано на стр. 285) при установке титра NaOH.

44. Растворы индикаторов.

1. Бромфенолблау (тетрабромфенол-сульфонфталейн): 0,04 г на 100 мл спирта
2. Метилрот (карбоксибензойноазодиметиланилин): 0,02 г на 100 мл спирта
3. Бромкрезолпурпур (диброморто-крезолсульфонфталейн): 0,02 г на 100 мл спирта
4. Бромтимолблау (дибромтимол-сульфонфталейн): 0,04 г на 100 мл спирта
5. Фенолрот (фенолсульфонфталейн) 0,02 г на 100 мл спирта.

45. Шкала индикаторов по Михаэлису. Для определения pH по Михаэлису употребляется шкала из четырех индикаторов: m-нитрофенола, p-нитрофенола, γ-динитрофенола и α-динитрофенола.

Вначале из этих индикаторов готовят основные растворы:

m — нитрофенола	0,3 г	на 100 мл	дистиллированной воды
p — нитрофенола	0,1 . .	100 . .	„ . .
γ — динитрофенола	0,1 . .	200 . .	„ . .
α — динитрофенола	0,1 . .	200 . .	„ . .

Из этих основных растворов готовят рабочие растворы для составления постоянных рядов с точным разбавлением их дистиллированной водой до 10 раз (например 2 мл основного раствора 18 мл воды). Затем берут одинаковые пробирки с вытянутым горлом (пробирки для запаивания), отмеривают в них точное количество (указанное в табл. 55) разбавленных рабочих растворов индикаторов, дополняют каждую пробирку 0,1 N раствором соды точно до 7 мл и запаивают пробирку, наклеив на нее этикетку с обозначением pH согласно таблице.

Можно взять обычные пробирки из совершенно бесцветного стекла, одинакового диаметра и высоты. После наполнения пробирки закрывают корковыми пробками и заливают парафином или менделеевской замазкой.

Эти четыре ряда пробирок с растворами индикаторов устанавливают в особые штативы и хранят в темноте (растворы могут храниться, долгое время не меняясь).

Ряд индикаторов по Михаэлису

Таблица 55

Индикаторы постоянный ряд	Номер про- бирки	Количество разбавлен- ного индика- тора (в мл)	pH	Индикаторы постоянный ряд	Номер про- бирки	Количество разбавлен- ного индика- тора (в мл)	pH
m-нитрофе- нола	1	5,2	8,4	γ-нитро- фенола	1	6,6	5,4
	2	4,2	8,2		2	5,5	5,2
	3	3,0	8,0		3	4,5	5,0
	4	2,3	7,8		4	3,4	4,8
	5	1,5	7,6		5	2,4	4,6
	6	1,0	7,4		6	1,65	4,4
	7	0,66	7,2		7	1,10	4,2
	8	0,43	7,0		8	0,74	4,0
	9	0,27	6,8		9	6,70	4,4
p-нитрофе- нола	1	4,05	7,0	α-дини- трофено- ла	1	5,7	4,2
	2	3,00	6,8		2	4,6	4,0
	3	2,00	6,6		3	3,4	3,8
	4	1,40	6,4		4	2,5	3,6
	5	0,94	6,2		5	1,74	3,4
	6	0,63	6,0		6	1,20	3,2
	7	0,40	5,8		7	0,78	3,0
	8	0,25	5,6		8	0,51	2,8
	9	0,16	5,4		9		

46. Каломельный полуэлемент представлен на рис. 88. Он готовится следующим образом. Промытый и пропаренный сосуд высушивают жгутиком фильтровальной бумаги. Для зарядки каломельного полуэлемента необходимо иметь химически чистые ртуть, каломель, хлористый калий, агар-агар.

Предварительно готовится агар-агаровая масса: 3 г агар-агара кипятят в небольшом количестве воды (50 мл) при помешивании до желеобразного состояния, затем приливают насыщенный раствор хлористого калия (35 г KCl в 100 мл воды) до объема 100 мл, все хорошо перемешивают и кипятят. Сняв сосуд с огня, охлаждают его до удаления пузырьков воздуха, но не допуская застывания массы. Трубка А сосуда заполняется приготовленной агаровой массой; для этого вокруг стеклянной трубки, проходящей внутри сосуда, закладывают жгутик из ваты, а на горлышко сосуда Н надевают каучук с зажимом. Нижний конец трубки А опускают в стакан с горячим раствором агаровой массы и засасывают ее медленно до верха, так чтобы вышел из трубки и попал на окружающую трубку вату. После этого закрывают зажим на резиновой трубке и дают массе в стакане и трубке застыть. Следует обращать внимание, чтобы агар при заполнении трубки в агар не попали пузырьки воздуха, так как они затрудняют, а иногда и препятствуют прохождению тока.

После остывания трубку вынимают из агарового студня, каучук снимают и жгутик ваты осторожно вынимают так, чтобы агаровой массы в верхней части сосуда не оставалось.

Затем следует амальгамирование платиновой палочки, впа-
янной в шарообразную часть сосуда возле отрезка с клеммой К. Амальгамирова-
ние необходимо, так как легко может случиться, что платина, несмотря на то,
что она покрыта ртутью, благодаря капиллярному слою раствора хлористого ка-
лия может вступить с последним в контакт. Тогда потенциал получается колеб-
лющимся и неправильным.

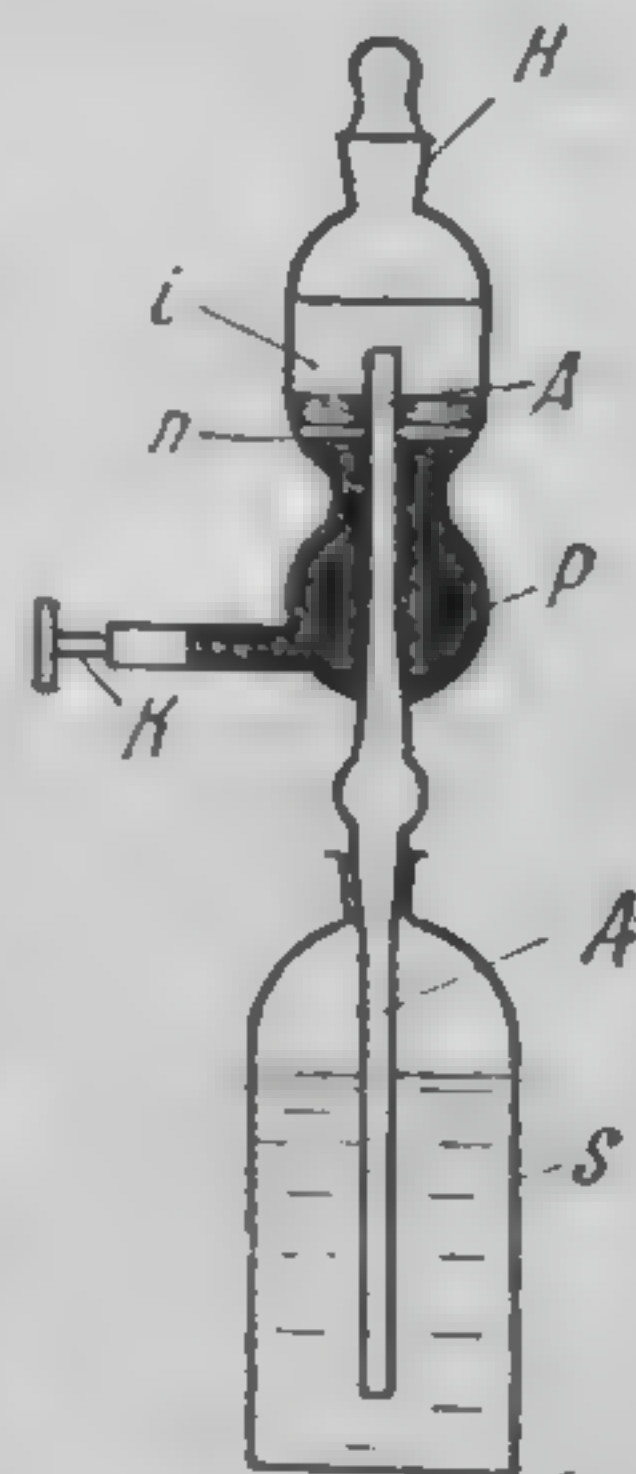


Рис. 88. Каломельный полуэлемент.

Для амальгамирования пользуются 2%-ным раствором сулемы или 1%-ным раствором азотнокислой закиси ртути. В шарообразную часть наливают приготовленный раствор сулемы или закиси ртути и клемму К соединяют с минусом 2-вольтного аккумулятора, плюс которого соединен с другой платиновой иглой или пластинкой, погруженной в тот же раствор. Через 2 мин. амальгамирование прекращают. Сосудик освобождают от раствора, хорошо промывают дистиллированной водой и дают ему высохнуть. В сухой сосуд, через воронку с хорошо оттянутым капилляром, наливают чистую, сухую ртуть, заполняя ею шарик. Надо следить, чтобы ртуть хорошо заполнила огросток с клеммой, иначе не будет контакта и полуэлемент будет негоден для работы. Поверх ртути наливают каломель, промытую декантацией не менее 4 раз раствором насыщенного хлористого калия. Слой каломели — около 3 мм. Затем в сосуд опускают несколько кристаллов (из насыщенного раствора KCl) хлористого калия и его раствором заполняют сосуд, так, чтобы трубка с агаром была им покрыта. Притертую пробку смазывают вазелином и закрывают сосуд.

Каломельный электрод вне работы всегда должен стоять в склянке с насыщенным раствором KCl.

Свежеприготовленный насыщенный каломельный полуэлемент оставляют в покое на 24 час., так как потенциал его в течение этого времени может, хотя и незначительно, измениться.

Перед работой приготовленный полуэлемент нужно проверить. Проверка производится по так называемой «стандартной» ацетатной смеси Михаэлиса, имеющей $pH = 4,62$.

Смесь готовят смешением равных количеств 0,1 N раствора уксусной кислоты и 0,1 N раствора уксуснокислого натрия. Если каломельный электрод и ацетатная смесь приготовлены из чистых препаратов и точно, каломельный электрод даст значение $pH = 4,62$ (при температуре 18°).

Через каучуковую трубку медленно засасывают в мостик агаровую массу так, чтобы она полностью, без пузырьков воздуха, заполнила мостик до конца с избытком, который остается в каучуковой трубке, закрывают зажим и дают массе охладиться.

После застывания массы мостик вынимают из сосуда с агар-агаром, освобождают от каучуковой трубки и опускают в стакан с заранее приготовленным насыщенным раствором хлористого калия.

Электролитические соединительные мостики, как взятые для работы на приборе, так и запасные, должны храниться погруженными на глубину (не менее 4—5 см) в насыщенном растворе хлористого калия.

В случае, если раствор хлористого калия высохнет и выкристаллизуется, готовят новый. Необходимо следить, чтобы не было пузырьков воздуха при заполнении мостиков агар-агаровой массой, так наличие их служит препятствием для прохождения электрического тока. Нельзя допускать образование агар-агаровой корки на конце мостика.

48. Буферные растворы. К прибору «Электрометрический компаратор» прилагается набор готовых буферных растворов в количестве 200 мл каждого с интервалами значения pH от 4,0 до 7,5 через каждые 0,5 pH , т. е.: 4,0, 4,5, 5,0, 5,5, 6,0, 6,5, 7,0, 7,5, или комплект в количестве 16 пакетиков, содержащих в себе определенные навески реактивов: из расчета 0,1 M лимонной кислоты и 0,2 M двузамещенного фосфата натрия, из которых можно самим приготовить буферные растворы с диапазоном от 4,0 до 7,5 pH при интервале 0,5 pH по 200 мл каждого.

Для приготовления буферных растворов из готовых реактивов необходимо приготовить восемь склянок или колб с пробками, которые нужно предварительно начисто вымыть, ополоснув дистиллированной водой, высушить, снабдить наклейками. Кроме того, для той же цели надо иметь мерную колбу на 200 мл с пробкой, воронку, дистиллированную воду около 2 л.

Содержание двух пакетиков с реактивами — лимонная кислота и двузамещенный фосфат натрия с одним и тем же значением pH , указанным на пакетиках — высыпают последовательно через воронку в мерную колбу на 200 мл.

Наливают в эту колбу, примерно до половины ее объема, дистиллированной воды, закрывают пробкой, взбалтывают и перемешивают, пока не растворится весь порошок.

Доливают в колбу дистиллированной воды до метки 200 мл, закрывают пробкой, еще раз перемешивают, взбалтывают, и буферный раствор готов к употреблению.

Сделав надпись значения pH раствора на наклейке приготовленной склянки или колбы, переливают туда раствор. Мерную колбу и воронку тщательно промывают дистиллированной водой.

Приготовление других буферных растворов ведется таким же способом.

Полученные буферные растворы хранятся в склянках или колбах, обязательно закрытых пробками.

Приготовленного количества буферных растворов (по 200 мл каждого) должно хватать, примерно, на месяц работы.

Предполагается, что в стаканчик прибора наливается около 5 мл раствора, который меняется раз в сутки, а перед наполнением стаканчика его, кроме промывания дистиллированной водой, ополаскивают тем же буферным раствором, который в него наливается.

При наличии реактивов — лимонной кислоты и двузамещенного фосфата натрия — буферные растворы можно приготовить самому, для чего можно применять буферную смесь состоящую из 0,1 М лимонной кислоты и 0,2 М двузамещенного фосфата натрия.

Лимонная кислота ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) должна быть химически чистой (пищевая без перекристаллизации не годится); без мути растворяться в воде; не содержать хлоридов и сульфатов; быть практически беззольной; при сушке при температуре 70° под давлением 20—30 мм оставаться бесцветной и терять в весе $3,58\% \pm 0,1\%$.

Степень кислотности лимонной кислоты определяют титрованием 0,2 N раствором едкого барита с применением в качестве индикатора фенолфталеина. Титруют до получения отчетливо красной окраски.

Для приготовления буферных растворов берут навеску лимонной кислоты в 21 г, всыпают в литровую мерную колбу, наливают дистиллированной воды, растворяют, взбалтывают, доливают дистиллированной водой до метки.

Двузамещенный фосфат натрия ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) является солью фосфорной кислоты с содержанием 2-х молекул кристаллизационной воды, которая получается при стоянии хорошо измельченных кристаллов фосфата натрия в смеси с 6 или 12 молекулами воды при комнатной температуре в течение 2-х недель, после чего образовавшуюся соль ставят на 1—2 суток в термостат с температурой $36—38^\circ$.

Двузамещенный фосфат натрия должен удовлетворять следующим требованиям: быть химически чистым, без мути растворяться в воде, не содержать хлоридов и сульфатов, при прокаливании обнаруживать потери в весе на $25,26\% (\pm 0,1\%)$.

Для приготовления буферных растворов берут навеску двузамещенного фосфата натрия ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) из расчета 71,6 г на 1 л, всыпают в мерную колбу, наливают дистиллированной воды до половины, растворяют, взбалтывают, доливают дистиллированной водой до метки.

Для составления буферных растворов берут две бюретки, хорошо промывают их дистиллированной водой и отмеривают растворы лимонной кислоты и фосфата натрия отдельными бюретками, не путая их между собою.

При изготовлении буферных растворов с указанными выше значениями pH (от 4,0 до 7,5 с интервалом в 0,5 pH) отмеряют компоненты следующим образом (табл. 56)

Таблица 56

№ п.п.	Значение Нр	Двузамещенный фосфат натрия Na_2HPO_4 0,2 мм (в мл)	Лимонная кислота 0,1 мм $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (в мл)
1	4,0	7,71	12,29
2	4,5	9,09	10,91
3	5,0	10,3	9,7
4	5,5	11,37	8,63
5	6,0	12,68	7,37
6	6,8	14,20	5,80
7	7,0	16,47	3,53
8	7,5	18,45	1,55

Если по условию работы с прибором понадобится иметь буферные растворы с другими значениями рН, то их можно получать из этих же компонентов (табл. 57).

Таблица 57

№ п.п.	Значение рН	0,2М NaHPO_4 (в мл)	0,1М лимонная кислота (в мл)	№ п.п.	Значение рН	0,2М NaHPO_4 (в мл)	0,1М лимонная кислота (в мл)
1	2,2	0,4	19,86	16	5,2	10,72	9,28
2	2,4	1,24	18,76	17	5,4	11,15	8,85
3	2,6	2,18	17,82	18	5,6	11,6	9,4
4	2,8	3,17	16,83	19	5,8	12,09	7,91
5	3,0	4,11	15,89	20	6,0	12,63	9,37
6	3,2	4,94	15,06	21	6,2	13,22	6,78
7	3,4	5,7	14,3	22	6,4	13,85	6,15
8	3,6	6,44	13,56	23	6,6	14,55	5,45
9	3,8	7,10	12,9	24	6,8	15,45	4,55
10	4,0	7,71	12,29	25	7,0	16,47	3,53
11	4,2	8,28	11,72	26	7,2	17,39	2,61
12	4,4	8,82	11,18	27	7,4	19,17	1,83
13	4,6	9,35	10,65	28	7,6	18,73	1,27
14	4,8	9,86	10,14	29	7,8	19,45	0,85
15	5,0	10,3	9,7	30	8,0	19,45	0,55

49. Растворы для кислотной пробы. Уксусная кислота с кислотностью в 135°, муравьиная кислота — 110°, пропионовая кислота — 130°. Растворы приготавливаются разведением указанных кислот водой до соответствующего градуса кислотности титрованием раствора 0,1 N раствором щелочи: на 100 мл раствора уксусной кислоты должно пойти 135 мл 0,1 N раствора щелочи; пропионоуксусная 0,81%, пропионовая 0,99% и муравьиная 0,53%.

50. Раствор метиленовой синьки. В колбу емкостью 50 мл наливают 10 мл 95°-ного спирта и всыпают 3—5 г метиленовой синьки, чтобы получился насыщенный раствор (после многократных взбалтываний синька должна осесть частично в нерастворенном состоянии. Раствор оставляют на 2 часа (или лучше до следующего дня) при комнатной температуре, после чего раствор фильтруют. Берут пипеткой 5 мл профильтрованного раствора и смешивают со 195 мл дистиллированной воды. Раствор сохраняют в хорошо закрытой склянке.

51. Раствор иодо-калиевого крахмала. 3 г крахмала смешивают с небольшим количеством холодной дистиллированной воды до образования однородной массы, после этого в нее при непрерывном помешивании прибавляют небольшими порциями 100 мл кипящей воды. В полученной однородной жидкости, не содержащей комков, растворяют 3 г кристаллического иодистого калия.

Иодо-калиевый крахмал сохраняется не долгое время и при изменении его дает после прибавления перекиси водорода даже в отсутствии пероксидазы синее окрашивание. Поэтому перед испытанием молока необходимо проверить реакцию на кипяченом и охлажденном молоке. В случае появления в течение 1 мин. темносинего или слабосинего окрашивания, реактив необходимо заменить.

52. Раствор парафенилендиаминхлоргидрата. 2 г парафенилендиаминхлоргидрата растворяют в 100 мл воды. Раствор парафенилендиамина при долгом стоянии делается негодным к употреблению, поэтому следует готовить его в небольших количествах и ставить контрольную пробу с сырым молоком.

53. Реактив парафенилендиамин с гваяколом. 1 г парафенилендиаминхлоргидрата растворяют в 15 мл воды и смешивают с раствором 2 г кристаллического гваякола в 135 мл 95%-ного спирта.

54. Раствор основного уксуснокислого свинца (свинцового уксуса). Смешивают 60 г уксуснокислого свинца с 20 г свинцового глета и 10 мл воды; смесь нагревают на водяной бане до получения белой или розовой массы; затем прибавляют еще 200 мл горячей дистиллированной воды и все оставляют на 12 час. в теплом месте при частом взбалтывании, после чего жидкость фильтруют; полученный реактив сохраняют в хорошо закупоренной склянке.

55. Раствор иод-иодистого калия. 1 г иода и 2 г иодистого калия растворяют в 300 мл воды.

56. 0,001 N титрованный раствор 2,6-дихлорфенолиндофенола. На техно-химических весах отвешивают 0,14—0,15 г 2,6-дихлорфенолиндофенола, которые переносят в ступку и растирают с дистиллированной водой, раствор декантируют в мерную колбу на 500 мл, остаток в ступке повторно растирают с водой, сливают в мерную колбу, доливают водой до метки, взбалтывают несколько раз и отфильтровывают через складчатый фильтр в склянку темного стекла, после чего устанавливают титр раствора.

Установка титра 0,01 N раствора соли Мора (3,92 г на 1 л) производится 0,01 N раствором соли Мора. Для этого к 10 мл приготовленного раствора дихлорфенола в конической колбе емкостью в 100 мл прибавляют 5 мл насыщенного раствора средней соли щавелевокислого натрия и титруют из микробюретки 0,01 N раствором соли Мора. Титрование необходимо производить в токе углекислоты. Для этого коническую колбу закрывают пробкой с двумя отверстиями. Через одно отверстие вставляют стеклянную трубку, соединенную резиновой трубкой с аппаратом, в котором получается углекислота; углекислота предварительно проходит через промывную склянку с дистиллированной водой. Во второе отверстие пробки конической колбы вставляют кончик микробюретки, через который происходит титрование солью Мора.

Раствор 2,6-дихлорфенолиндофенола солью Мора титруют до получения соломенно-желтого цвета. Титрование проводят не менее чем с тремя пробами раствора краски.

Установка титра 0,01 N раствора соли Мора (3,92 г на 1 л) производится 0,01 N раствором марганцовокислого калия следующим образом: к 10 мл раствора соли Мора добавляют 3 капли концентрированной H_2SO_4 и титруют 0,01 N раствором $KMnO_4$ (0,6302 г на 1 л) до слабозеленого окрашивания. Титр 0,01 N $KMnO_4$ устанавливается 0,01 N раствором щавелевой кислоты — 10 мл 0,01 $NC_2H_2O_4$ с 0,5 мл H_2SO_4 (1 : 1) титруют до слабозеленого окрашивания.

Титрование производят в нагретом до температуры 70° растворе щавелевой кислоты.

Поправка на титр 0,001 N приготовленного раствора краски вычисляется по формуле:

$$x = \frac{a \cdot c}{b},$$

где: x — поправка на титр 0,001N раствора 2—6 дихлорфенолиндофенола,
 a — мл KMnO_4 , пошедшие на 10 мл раствора соли Мора,
 c — мл соли Мора, пошедшие на 10 мл раствора 2—6-дихлорфенолиндофенола,
 b — мл KMnO_8 , пошедшие на 10 мл раствора щавелевой кислоты.

Титр 0,001 N раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола можно устанавливать аскорбиновой кислотой, для чего 22 мг аскорбиновой кислоты растворяют приблизительно в 100 мл воды, прибавляют 10 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты, доводят раствор до 250 мл и в результате получают 0,001 N раствор щавелевокислой аскорбиновой кислоты. Берут 5 мл раствора аскорбиновой кислоты, прибавляют 7,5 мл насыщенного раствора уксуснокислого натрия и титруют раствор краски, титр которой необходимо установить.

Раствор 0,001 N аскорбиновой кислоты сохраняется в темном месте только несколько дней. Проверить количество аскорбиновой кислоты в растворе можно титрованием раствора 0,01 N раствора иода, учитывая, что 1 мл 0,01 N раствора иода соответствует 0,88 мл аскорбиновой кислоты.

57. Безводный Na_2SO_4 . Продажный Na_2SO_4 прокаливают в течение 4—5 час.

58. Адсорбирующая окись магния. К 100 частям прокаленной и охлажденной окиси магния добавляют 50 частей воды и нагревают смесь при перемешивании 30 мин. на водяной бане. После охлаждения адсорбент готов к употреблению.

59. Стандартный раствор азобензола. 14,5 мл чистого перекристаллизованного азобензола растворяют в 100 мл 95°-ного этилового спирта.

60. Серный эфир, свободный от перекисей. К 500 мл серного эфира добавляют раствор AgNO_3 (2 г $\text{AgNO}_3 + 15$ мл H_2O) и 30 мл 40%-ного водного раствора KOH , взбалтывают. Отделяют эфир от водного раствора. Промывают эфир 4—5 раз водой, сушат над безводным сернокислым натрием и через сутки перегоняют.

61. Хлороформ. Хлороформ предварительно промывают в делительной воронке 4—5 раз дистиллированной водой, сушат над безводным сернокислым натрием в течение суток и перегоняют. При всех операциях с хлороформом его следует защищать от доступа света.

62. Раствор треххлористой сурьмы. Раствор SbCl_3 готовят особенно тщательно. SbCl_3 промывают небольшим количеством хлороформа до тех пор, пока не будет стекать бесцветный раствор.

Промытую SbCl_3 высушивают в эксикаторе над H_2SO_4 . Из нее готовят насыщенный в хлороформе раствор при температуре 20°, который содержит 21—23% SbCl_3 .

Раствор сурьмы должен быть совершенно безводным, так как следы воды вызывают помутнение раствора вследствие гидролиза.

Раствор SbCl_3 следует сохранять в коричневых бутылках со стеклянной пробкой в течение не более 4 недель.

Таблица 58

Приготовление стандартных растворов

№ пробирки	Основной раствор (в мл)	Вода (в мл)	Число синих единиц	№ пробирки	Основной раствор (в мл)	Вода (в мл)	Число синих единиц
1	осн. раств.	—	9,2	9	10	7,3	5,5
2	20	0,4	9,0	10	10	9,5	5,0
3	20	1,6	8,5	11	10	12,2	4,5
4	20	3,8	8	12	10	15,8	4,0
5	20	4,5	7,5	13	10	20,6	3,5
6	20	6,3	7,0	14	10	27,7	3,0
7	20	8,7	6,5	15	10	37,1	2,5
8	20	11,6	6,0	16	10	52,1	2,0

63. Раствор CuSO_4 и $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$. Основной раствор: 15 г CuSO_4 и 0,7 г $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$.

Из основного раствора готовятся стандартные растворы-эталонные путем добавления воды. Каждое разведение соответствует определенному числу синих единиц.

В пробирки диаметром 1 см и высотой 6 см наливают приготовленные стандартные растворы; в первую пробирку наливают основной, не разбавленный раствор. Пробирки закрывают корковой пробкой и заливают замазкой. На пробирках ставят номера, соответствующие стандартному раствору.

64. Раствор хлористого кальция для рефрактометра. Отвешивают 37,77 г хлористого кальция в 100 мл воды. Раствор должен иметь плотность 1,1375 и, будучи разбавлен водою 1:10, давать в погружательном рефрактометре при $17,5^\circ$ показание шкалы 26.

65. Раствор сычужного фермента. 0,02%-ный раствор сычужного фермента готовится из 1%-ного раствора сычужного фермента. На технических весах с точностью до 0,001 г отвешивают 2 г продажного сычужного порошка нормальной активности (около 100000 единиц) в банку, куда маленькими порциями, при тщательном помешивании стеклянной палочкой, приливают 100 мл химически чистого глицерина и 100 мл воды. Банку ставят на сутки в темное место. Затем жидкость фильтруют и фильтрат сохраняют в банке из темного стекла с притертой пробкой. Этот раствор сычужного фермента называют нормальным.

1 мл его свертывает 10 мл сборного нормального свежего молока при 40° в течение 20—30 сек. При определении свертывающей способности молока 1%-ный сычужный раствор разбавляют перед исследованием в 50 раз водою, получая, таким образом, 0,02%-ный раствор. 1 мл такого раствора свертывает 10 мл нормального сборного молока в 18—20 мин.

Раствор сычужного порошка в 50%-ном глицерине хорошо сохраняется в течение 15 дней. Иногда бывает, что приготовленный 1%-ный раствор сычужного порошка не сквашивает 10 мл нормального сборного молока в 20—30 сек. В этом случае, определив продолжительность свертывания, рассчитывают, во сколько раз нужно разбавить приготовленный 1%-ный раствор, чтобы получить такой, который свертывал бы сборное молоко в 18—20 мин.

Расчет ведется по формуле:

$$X = \frac{20 \cdot 50}{C},$$

где: X — разбавление водой 1%-ного раствора сычужного порошка,

20 — желательная продолжительность свертывания 10 мл сборного молока 1 мл 1%-ного раствора сычужного порошка (в сек.),

50 — разбавление для нормального 1%-ного раствора сычужного порошка,

C — продолжительность свертывания сборного молока приготовленным 1%-ным раствором, полученная при опыте (в сек.).

66. Куркумовая бумажка. 1 часть порошка корневища куркумы обливают 15 частями воды, смесь взбалтывают и оставляют на 4—5 час. Отстоявшуюся жидкость сливают, порошок выкладывают на холст, отжимают, переносят в хорошо закупоривающуюся склянку и обливают 4 частями 70%-ного спирта. По истечении 48 час. жидкость декантируют и фильтруют. В налитый на плоскую тарелку фильтрат погружают куски фильтровальной бумаги, которые по прошествии 0,5 мин. вынимают и затем высушивают.

67. Смесь серной кислоты с азотной. К 100 мл H_2SO_4 плотностью не ниже 1,80 прибавляют 1 каплю концентрированной HNO_3 .

68. Солянокислый раствор хлорного железа 0,03 г FeCl_3 растворяют в 100 мл HCl плотностью 1,12.

69. 1%-ный раствор ванадиевой кислоты в серной кислоте. 1 г ванадиевой кислоты растворяют в 100 мл 20%-ного раствора H_2SO_4 .

70. Спиртовой раствор KOH . 80 KOH растворяют в 1 л 90%-ного спирта.

71. Раствор уксуснокислого свинца и аммиака. Берут 2 объема раствора 500 г уксуснокислого свинца в 1200 мл воды и 1 объем раствора аммиака плотностью 0,944 (14,459% NH_3).

72. Дифениламинный реактив. 10 мл 10%-ного спиртового раствора дифениламина, 25 мл ледяной уксусной кислоты и 65 мл соляной кислоты плотностью 1,19.

73. Сулемовые бумажки. Сулемовые бумажки готовят погружением полосок толстой фильтровальной бумаги в 5%-ный раствор HgCl_2 , после чего их высушивают, подвешивая на стеклянные палочки. Сохраняют сулемовые бумажки в баночках с пробками над хлористым кальцием, в темноте.

74. Магнезимальная смесь. 50 г $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и 100 г NH_4Cl растворяют в 500 мл H_2O , прибавляют избыток аммиака, оставляют на ночь и фильтруют (если выделился осадок). К чистому фильтрату приливают соляную кислоту до очень слабой кислой реакции и разбавляют его до 1000 мл водой.

75. Раствор едкого натрия (калия) для определения предельной кислотности сливок:

Для 18°Т	берут	90	мл	0,1N	раствора	едкого	натрия	(калия)
" 17°Т	"	85	"	"	"	"	"	"
" 14°Т	"	70	"	"	"	"	"	"

В каждый из этих растворов прибавляют по 10 мл 1%-ного раствора фенолфталеина и добавляют до 1 л водой. При изготовлении меньших количеств раствора едкого натрия соответственно уменьшают отмеривание реактивов и воды, не нарушая отношения между ними. Раствор готовится ежедневно перед началом работы.

76. Известковое молоко. 12 г прокаленной извести (CaO) гасят небольшим количеством воды, взятой из отмеренных 100 мл, получают пушонку и разбавляют ее оставшимся количеством воды. Хранить известковое молоко следует в хорошо закрытой резиновой пробкой склянке.

77. Стандартный раствор фосфата. Двухзамещенный фосфат ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) с содержанием 2 молекул кристаллизационной воды получается при стоянии на воздухе хорошо измельченных кристаллов фосфата (с 6 или 12 молекулами воды) при обыкновенной температуре в продолжение около 2 недель.

Для приготовления стандартного раствора $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ берут навеску соли в 7,13 г и растворяют в 1 л воды при температуре 20°.

78. 0,2 N раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. В одном л воды растворяют 9,808 г химически чистого $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

79. Титрованные растворы KMnO_4 . Продажный препарат KMnO_4 обычно бывает загрязнен примесью MnO_2 , что делает раствор непостоянным и ускоряет его разложение. Обычно дистиллированная вода содержит некоторое количество восстановителей, которые реагируют с KMnO_4 и образуют MnO_2 .

Для приготовления 0,1 N раствора навеску около 3,2 г химически чистого KMnO_4 растворяют в 1 л дистиллированной воды. Раствор доводят до кипения и в течение часа поддерживают эту температуру. Вместо кипячения можно остудить раствор при комнатной температуре в течение 2 или 3 дней. После этого раствор фильтруют от выделившегося бурого осадка MnO_2 через чистый асбест или тигель с пористой стеклянной пластинкой в чистую темную склянку с притертой стеклянной пробкой. Готовый раствор KMnO_4 надо защищать от попадания пыли и хранить в темноте.

Для приготовления 0,01 N раствора KMnO_4 имеющийся 0,1 N раствор KMnO_4 непосредственно перед употреблением разбавляют соответствующим образом кипяченой, охлажденной, дистиллированной водой. 0,01 N раствор KMnO_4 не прочен. Установку титра ведут, как описано в приготовлении реактива 19.

80. Ртутный раствор. 55 г окиси ртути взбалтывают с 200 мл воды и 40 г иодистого калия, доливают водой до 500 мл и взбалтывают.

81. Буферный 2%-ный раствор крахмала. Приготавливается из растворимого крахмала, ацетатного буферного раствора и, наконец, буферного раствора крахмала.

Растворимый крахмал готовят следующим образом: 100 г лучшего картофельного крахмала смешивают с 7,5%-ным раствором соляной кислоты (концентрированная HCl плотностью 1,19 разводится в 5 раз водой) с таким расчетом, чтобы кислота покрыла полностью крахмал. Крахмал с кислотой оставляют 7 дней, затем в несколько раз разбавляют водой и отсасывают с разрежением на фильтре бюхнеровской воронки. С фильтра крахмал переносят в широкогорлую банку, в которую наливают 300 мл воды, и после основательного размешивания фильтруют. Промывание и фильтрование повторяют 2 раза. Промытый крахмал смешивают с 250 мл 0,5%-ного раствора двууглекислой соды, хорошо перемешивают и фильтруют. Выделившийся крахмал 5 раз промывают 300 мл воды, каждый раз фильтруя. Промытый крахмал переносят на лист фильтровальной бумаги и разложив тонким слоем, сушат при температуре 25—35°. Ацетатный буферный раствор с pH 4,3 готовят растворением в мерной колбе емкостью в 1 л 27,21 г уксуснокислого натрия в 512 мл 1,0 N раствора уксусной кислоты с последующим дополнением колбы водой, свободной от углекислоты, до метки. Для употребления раствор может быть разведен водою в 20 раз.

Для приготовления буферного 2%-ного раствора крахмала берут 20 г безводного растворимого крахмала (учитывая процентное содержание влаги в крахмале) и разбалтывают его в 50 мл воды. Взвесь вливают тонкой струей при помешивании в 800 мл кипящей воды, находящейся в соответствующем стакане. Кипение жидкости поддерживают 5 мин., жидкость охлаждают, помешивая во избежание образования пленки на поверхности, переливают в мерную колбу емкостью 1 л, прибавляют в нее 50 мл ацетатного буферного раствора, имеющего pH 4,3, после чего содержимое колбы доливают водой до метки.

82. Приблизительно 0,02 N раствор иода готовится смешиванием 20 мл 0,1 N раствора иода с 80 мл воды.

83. 35% раствор кобальтнитрита натрия $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$. При отсутствии кобальтнитрита его готовят следующим образом: 50 г азотнокислого кобальта растворяют в 150 мл H_2O . Отдельно растворяют 100 г азотистокислого натрия (NaNO_2) в 150 мл H_2O . Оба раствора смешивают, прибавляют 30 мл ледяной уксусной кислоты и через сутки фильтруют. Реактив должен храниться в темном месте.

84. 0,1 N раствор $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Растворяют 28,1 г продажного $(\text{Hg}_2)(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 400 мл теплой воды, подкисленной 9 мл HNO_3 плотностью 1,5 или эквивалентным количеством кислоты другой концентрации, (кислотность раствора должна быть около 0,2 N) доливают до 1 л, прибавляют 2—3 капли металлической ртути и перемешивают. Через сутки раствор отфильтровывают в склянку темного стекла, добавляют 2 капли металлической ртути. Раствор сохраняется в течение года.

Установление нормальности раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. 10 мл 0,1 N раствора NaCl или KCl титруют из бюретки приготовленным раствором $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Индикатор — 1%-ный спиртовой раствор дифенилкарбазона — добавляется в количестве 4—5 капель в середине или перед концом титрования. Концом титрования является внезапное появление голубого окрашивания.

Азотная кислота должна быть свободна от окислов азота. Для предупреждения разрушительного действия на индикацию при титровании и при растворении $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ вносят 3—4 капли пергидроля.

Международные атомные веса (при $O = 16,000$)

(1947 г.)

Название элемента	Порядковый номер	Символическое обозначение	Атомный вес
Азот	7	N	14,008
Алюминий	13	Al	26,97
Аргон	18	Ar	39,944
Барий	56	Ba	137,36
Бор	5	B	10,82
Бром	35	Br	79,916
Ванадий	23	V	50,95
Висмут	83	Bi	209,00
Водород	1	H	1,008
Вольфрам	74	W	183,92
Железо	26	Fe	55,85
Золото	79	Au	197,20
Иод	53	I	126,92
Кадмий	48	Cd	112,41
Калий	19	K	39,096
Кальций	20	Ca	40,08
Кислород	8	O	16,0000
Кобальт	27	Co	58,94
Кремний	14	Si	28,06
Литий	3	Li	6,94
Магний	12	Mg	24,32
Марганец	25	Mn	54,93
Медь	29	Cu	63,54
Молибден	42	Mo	95,95
Мышьяк	33	As	74,91
Натрий	11	Na	22,997
Никель	28	Ni	58,69
Олово	50	Sn	118,70
Осмий	76	Os	190,20
Платина	78	Pt	195,23
Ртуть	80	Hg	200,61
Свинец	82	Pb	207,21
Селен	34	Se	78,96
Сера	16	S	32,066
Серебро	47	Ag	107,88
Стронций	38	Sr	87,63
Сурьма	51	Sb	121,76
Углерод	6	C	12,01
Уран	92	U	238,07
Фосфор	15	P	30,98
Фтор	9	F	19,00
Хлор	17	Cl	35,457
Хром	24	Cr	52,01
Цезий	55	Cs	132,91
Цинк	30	Zn	65,38

Нормальный вес (в г) (грамм-эквивалент) соединений, встречающихся в анализе

Название	Формула	Молекулярный вес	Количество эквивалентов	Нормальный вес
Аммиак	N H_3	17,03	1	17,03
Аммоний гидрат окиси	NH_4OH	35,05	1	35,05
„ роданистый	NH_4CNS	76,11	1	76,11
„ сернокислый	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	132,15	2	66,08
„ щавелевокислый	$(\text{NH}_2)_4\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	142,096	2	71,05
Барий едкий	$\text{Ba}(\text{OH})_2$	171,42	2	85,71
„ углекислый	Ba CO_3	197,4	2	98,7
„ хлористый	$\text{Ba Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	244,35	2	122,18
Железо сернокислое закись	$\text{Fe SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	278,02	1	278,02
„ закисное				
Двойная аммонийная соль (соль Мора)	$\text{Fe SO}_4(\text{NH}_4)\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	392,13	1	392,13
Железо аммиачные квасцы	$\text{Fe NH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	482,19	1	482,19
Известь хлорная	CaOCl_2	126,99	2	63,45
Иод	I	126,92	1	126,92
Калий двуххромовокислый	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	294,212	6	49,035
„ едкий	KOH	56,096	1	56,096
„ иодноватокислый	KJO_3	214,00	6	35,67
„ марганцевокислый (в кислой среде)	KMnO_4	158,03	5	31,61
„ марганцевокислый (в щелочной и нейтральной среде)	KMnO_4	158,03	3	52,68
Калий роданистый	KC_2S	97,17	1	97,17
„ углекислый (с фенолфталеином)	K_2CO_3	138,2	1	138,2
„ (с метилоранж.)	K_2CO_3	138,2	2	69,1
„ углекислый-кислый (с фенолфталеином)	KHCO_3	100,11	0	—
„ (с метилоранжем)	KHCO_3	100,11	1	100,11
„ хлорноватокислый	KClO_3	125,56	6	20,43
„ хромовокислый	K_2CrO_4	194,22	3	64,74
Кальций окись	CaO	56,07	2	28,04
Кальций хлористый крист.	$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	219,09	2	109,54
„ „ безводн.	CaCl_2	110,99	2	55,5
Кислота азотная	HNQ_3	63,02	1	63,02
„ лимонная	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$	210,1	3	70,03
„ молочная	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$	90,05	1	90,05
„ серная	H_2SO_4	98,08	2	49,04
„ сернистая (с фенолфталеином)	H_2SO_3	82,09	2	41,05
„ соляная	HCl	36,47	1	36,47
„ уксусная	$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$	60,03	1	60,03
„ фосфорная (с фенолфталеином)	H_3PO_4	98,06	2	49,03
„ (с метилоранжем)	H_3PO_4	98,06	1	98,06
Кислота щавелевая	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	126,05	2	63,02
„ янтарная	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4$	118,05	2	59,02

Название	Формула	Молекулярный вес	Количество эквивалентов	Нормальный вес
Натрий едкий	NaOH	40,01	1	40,01
" сернистоокислый . . .	NaHSO ₃	104,08	2	52,04
" серноватистоокислый . .	Na ₂ S ₂ O ₃ · 5H ₂ O	248,22	1	248,22
" тетраборноокислый (бура) с фенолфталеином	Na ₂ B ₄ O ₇ · 10H ₂ O	381,76	1	381,76
" с метилоранжем . . .	Na ₂ B ₄ O ₇ · 10H ₂ O	381,76	2	190,88
" углекислый (с фенолфталеином)	Na ₂ CO ₃	106,0	1	106,0
" (с метилоранжем) . . .	Na ₂ CO ₃	106,0	2	53,0
" углекислый (с метилоранжем)	NaHCO ₃	84,01	1	84,01
" фосфорноокислый	Na ₂ HPO ₄ · 12H ₂ O	358,24	3	119,41
" щавелевоокислый . . .	Na ₂ C ₂ O ₄	133,91	2	66,95
Ртуть хлорная	HgCl ₂	271,52	2	135,76
Серебро азотнокислое	AgNO ₃	169,89	1	169,89

Плотность при 15°/4°

1,000
1,010
1,0201,030
1,040
1,0501,060
1,070
1,0801,090
1,100
1,1101,120
1,130
1,1401,150
1,160
1,1701,180
1,190
1,2001,210
1,220
1,2301,720
1,730
1,7401,750
1,760
1,7701,780
1,790
1,800

1,800

Процентное содержание серной кислоты при различной плотности ее

Плотность при 15°/4°	Плотность при 20°/4°	Процент H ₂ SO ₄	Плотность при 15°/4°	Плотность при 20°/4°	Процент H ₂ SO ₄	Плотность при 15°/4°	Плотность при 20°/4°	Процент H ₂ SO ₄
1,000	0,999	0,09	1,240	1,236	2,28	1,480	1,476	57,83
1,010	1,000	1,57	1,250	1,246	33,43	1,490	1,486	58,74
1,020	1,019	3,03	1,260	1,256	34,57	1,500	1,496	59,70
1,030	1,029	4,49	1,270	1,266	35,71	1,510	1,505	60,65
1,040	1,039	5,96	1,280	1,276	36,87	1,520	1,515	61,59
1,050	1,048	7,37	1,290	1,286	38,03	1,530	1,525	62,53
1,060	1,058	8,77	1,300	1,296	39,19	1,540	1,535	63,43
1,070	1,068	10,19	1,310	1,306	40,35	1,550	1,545	64,26
1,080	1,077	11,60	1,320	1,316	41,50	1,560	1,555	65,08
1,090	1,087	12,99	1,330	1,326	42,66	1,570	1,565	65,90
1,100	1,097	14,35	1,340	1,336	43,74	1,580	1,575	66,71
1,110	1,107	15,71	1,350	1,346	44,82	1,590	1,585	67,59
1,120	1,117	17,01	1,360	1,356	45,88	1,600	1,595	68,51
1,130	1,127	18,31	1,370	1,366	46,94	1,610	1,605	69,43
1,140	1,137	19,61	1,380	1,376	48,00	1,620	1,615	70,32
1,150	1,147	20,91	1,390	1,386	49,06	1,630	1,625	71,16
1,160	1,157	22,19	1,400	1,396	50,11	1,640	1,635	71,99
1,170	1,167	22,47	1,410	1,406	51,15	1,650	1,645	72,82
1,180	1,177	24,76	1,420	1,416	52,15	1,660	1,655	73,64
1,190	1,187	26,04	1,430	1,426	53,15	1,670	1,665	74,51
1,200	1,197	27,32	1,440	1,436	54,07	1,680	1,675	75,42
1,210	1,207	28,58	1,450	1,446	55,03	1,690	1,685	76,30
1,220	1,217	29,84	1,460	1,456	55,97	1,700	1,695	77,17
1,230	1,226	31,11	1,470	1,466	56,90	1,710	1,705	78,04
1,720	1,715	78,92	1,810	1,804	88,30	1,831	1,825	92,30
1,730	1,725	79,80	1,815	1,809	89,05	1,833	1,827	92,75
1,740	1,735	80,68	1,820	1,814	90,05	1,835	1,829	93,43
1,750	1,745	81,56	1,821	1,815	90,20	1,837	1,831	94,25
1,760	1,755	82,44	1,822	1,816	90,40	1,838	1,832	94,60
1,770	1,764	83,32	1,823	1,817	90,60	1,839	1,833	95,00
1,780	1,774	84,50	1,824	1,818	90,80	1,840	1,834	95,60
1,790	1,784	85,70	1,825	1,819	91,00	1,841	1,835	97,00
1,800	1,794	86,90	1,826	1,820	91,25	1,839	1,833	99,70
1,805	1,799	87,60	1,828	1,822	91,70	1,838	1,832	99,95

Процентное содержание азотной кислоты при различной плотности ее

Плотность при 20°/4°	Процент HNO ₃	Граммов в литре	Плотность при 20°/4°	Процент HNO ₃	Граммов в литре	Плотность при 20°/4°	Процент HNO ₃	Граммов в литре
1,0036	1	10,04	1,2071	34	410,4	1,4004	67	938,3
1,0091	2	20,18	1,2140	35	424,9	1,4048	68	955,3
1,0146	3	30,44	1,2205	36	439,4	1,4091	69	972,3
1,0201	4	40,80	1,2270	37	454,0	1,4134	70	989,4
1,0256	5	51,28	1,2335	38	468,7	1,4176	71	1006
1,0312	6	61,87	1,2399	39	483,6	1,4218	72	1024
1,0369	7	72,58	1,2463	40	498,5	1,4258	73	1041
1,0427	8	83,42	1,2527	41	513,6	1,4298	74	1058
1,0485	9	94,37	1,2591	42	528,8	1,4337	75	1075
1,0543	10	105,4	1,2655	43	544,2	1,4375	76	1093
1,0602	11	116,6	1,2719	44	559,6	1,4413	77	1110
1,0661	12	127,9	1,2783	45	575,2	1,4450	78	1127
1,0721	13	139,4	1,2847	46	491,0	1,4486	79	1144
1,0781	14	150,9	1,2911	47	606,8	1,4521	80	1162
1,0842	15	162,6	1,2975	48	622,8	1,4555	81	1179
1,0903	16	174,4	1,3040	49	639,0	1,4589	82	1196
1,0964	17	186,4	1,3100	50	655,0	1,4622	83	1214
1,1026	18	198,5	1,3160	51	671,2	1,4655	84	1231
1,1088	19	210,7	1,3219	52	687,4	1,4686	85	1248
1,1150	20	223,0	1,3278	53	703,7	1,4716	86	1266
1,1213	21	235,5	1,3336	54	720,1	1,4745	87	1283
1,1276	22	248,1	1,3393	55	736,6	1,4773	88	1300
1,1340	23	260,8	1,3449	56	753,1	1,4800	89	1317
1,1404	24	273,7	1,3505	57	769,8	1,4826	90	1334
1,1469	25	286,7	1,3560	58	786,5	1,4850	91	1351
1,1534	26	299,9	1,3614	59	803,2	1,4873	92	1368
1,1600	27	312,2	1,3667	60	820,0	1,4892	93	1385
1,1666	28	326,6	1,3719	61	836,9	1,4912	94	1402
1,1733	29	340,3	1,3769	62	853,7	1,4932	95	1419
1,1800	30	354,0	1,3818	63	870,5	1,4952	96	1435
1,1867	31	367,9	1,3866	64	887,4	1,4974	97	1452
1,1934	32	381,9	1,3913	65	904,3	1,5008	98	1471
1,2002	33	396,1	1,3959	66	921,3	1,5036	99	1491
						1,5129	100	1513

Процент

Плотность при 20°/4°

1,0032
1,0052
1,1081
1,0279
1,0376
1,0474
1,0574
1,0675
1,0776
1,0878
1,0980

Процентное
аммиака
плотности

Плотность при 20°/4°

0,9939
0,9895
0,9811
0,9730
0,9651
0,9575

0,9501
0,9439
0,9362
0,9295
0,9229
0,9164

0,9101
0,9040
0,8980
0,8920

Процентное содержание соляной кислоты при различной плотности ее

Плотность при 20°/4°	Процент HCl	Граммов в литре	Плотность при 20°/4°	Процент HCl	Граммов в литре
1,0032	1	10,03	1,1083	22	243,8
1,0082	2	20,16	1,1187	24	268,5
1,1081	4	40,72	1,1290	26	293,5
1,0279	6	61,67	1,1392	28	319,0
1,0376	8	83,01	1,1493	30	344,8
1,0474	10	104,7	1,1593	32	371,0
1,0574	12	126,9	1,1691	34	397,5
1,0675	14	149,5	1,1789	36	424,4
1,0776	16	172,4	1,1885	38	451,6
1,0878	18	195,8	1,1980	40	479,2
1,0980	20	219,6	—	—	—

Приложение VI

Процентное содержание аммиака при различной плотности его растворов

Плотность при 20°/4°	Процент NH ₃	Граммов в литре
0,9939	1	9,939
0,9895	2	19,79
0,9811	4	39,24
0,9730	6	58,38
0,9651	8	77,21
0,9575	10	95,75
0,9501	12	114,0
0,9430	14	132,0
0,9362	16	149,8
0,9295	18	167,3
0,9229	20	184,6
0,9164	22	201,6
0,9101	24	218,4
0,9040	26	235,0
0,8980	28	251,4
0,8920	30	267,6

Приложение VII

Процентное содержание едкого натрия при различной плотности его растворов

Плотность при 20°/4°	Процент NaOH	Граммов в литре	Плотность при 20°/4°	Процент NaOH	Граммов в литре
1,0095	1	10,10	1,2629	24	303,1
1,0207	2	20,41	1,2848	26	334,0
1,0318	3	30,95	1,3064	28	365,8
1,0428	4	41,71	1,3279	30	398,4
1,0538	5	52,69	1,3490	32	431,7
1,0648	6	63,89	1,3696	34	465,7
1,0758	7	75,31	1,3900	36	500,4
1,0869	8	86,95	1,4101	38	535,8
1,0979	9	98,81	1,4300	40	572,0
1,1089	10	110,9	1,4444	42	608,7
1,1309	12	135,7	1,4685	44	646,1
1,1530	14	161,4	1,4875	46	684,2
1,1751	16	188,0	1,5065	48	723,1
1,1972	18	215,5	1,5253	50	762,7
1,2191	20	243,8	—	—	—
1,2411	22	273,0	—	—	—

Приложение VIII

Процентное содержание хлористого натрия при различной плотности его растворов

Плотность при 20°/4°	Процент NaCl	Граммов в литре
1,0053	1	10,05
1,0125	2	20,25
1,0268	4	41,07
1,0413	6	62,48
1,0559	8	84,47
1,0707	10	107,1
1,0857	12	130,3
1,1009	14	154,1
1,1162	16	178,6
1,1319	18	203,7
1,1478	20	229,6
1,1640	22	256,1
1,1804	24	283,3
1,1972	26	311,3

Приложение IX

Процентн. содержание хлористого кальция при различной плотности его растворов

Плотность при 20°/4°	Процент CaCl ₂	Граммов в литре
1,0148	1	20,30
1,0316	4	41,26
1,0486	6	62,92
1,0659	8	85,27
1,0835	10	108,4
1,1015	12	132,2
1,1198	14	156,8
1,1386	16	182,2
1,1578	18	208,4
1,1775	20	235,5
1,2284	25	307,1
1,2816	30	384,5
1,3373	35	468,1
1,3920	40	558,3

Процентное содержание спирта при различной плотности его раствора

Плотность 20°/4°	Содержание спирта (в %)		Плотность 20°/4°	Содержание спирта (в %)		Плотность 20°/4°	Содержание спирта (в %)	
	весов	объемн.		весов.	объемн.		весов	объемн.
0,9970	0,66	0,83	0,9470	32,78	39,41	0,9010	55,68	63,57
0,9960	1,20	1,51	0,9480	33,33	40,03	0,9000	56,12	64,00
0,9950	1,74	2,20	0,9470	33,88	40,66	0,8990	56,56	64,42
0,9940	2,30	2,89	0,9460	34,43	41,27	0,8980	57,00	64,85
0,9930	2,86	3,60	0,9450	34,97	41,87	0,8970	57,43	65,27
0,9920	3,44	4,32	0,9440	35,50	42,46	0,8960	57,86	65,69
0,9910	4,02	5,04	0,9430	36,03	43,05	0,8950	58,30	66,11
0,9900	4,62	5,80	0,9420	36,55	43,62	0,8940	58,74	66,53
0,9890	5,24	6,57	0,9410	37,07	44,14	0,8930	59,17	66,94
0,9880	5,87	7,35	0,9400	37,58	44,75	0,8920	59,60	67,36
0,9870	6,52	8,16	0,9390	38,08	45,31	0,8910	60,03	67,77
0,9860	7,18	8,97	0,9380	38,59	45,86	0,8900	60,46	68,18
0,9850	7,85	9,80	0,9370	39,09	46,41	0,8890	60,90	68,59
0,9840	8,53	10,64	0,9360	39,59	46,95	0,8880	61,33	69,00
0,9830	9,21	11,48	0,9350	40,09	47,49	0,8870	61,76	69,40
0,9820	9,91	12,33	0,9340	40,58	48,02	0,8860	62,18	69,80
0,9810	10,62	13,20	0,9330	41,07	48,55	0,8850	62,61	70,21
0,9800	11,34	14,08	0,9320	41,55	49,07	0,8840	63,04	70,61
0,9790	12,07	14,98	0,9310	42,04	49,59	0,8830	63,47	71,01
0,9780	12,81	15,88	0,9300	42,52	50,10	0,8820	63,90	71,41
0,9770	13,57	16,79	0,9290	43,00	50,61	0,8810	64,33	71,80
0,9760	14,33	17,72	0,9280	43,47	51,11	0,8800	64,76	72,20
0,9750	15,11	18,66	0,9270	43,94	51,61	0,8790	65,18	72,59
0,9740	15,90	19,62	0,9260	44,41	52,11	0,8780	65,61	72,98
0,9730	16,68	20,56	0,9250	44,88	52,60	0,8770	66,03	73,37
0,9720	17,45	21,49	0,9240	45,35	53,09	0,8760	66,46	73,76
0,9710	18,22	22,41	0,9230	45,81	53,58	0,8750	66,88	74,14
0,9700	18,98	23,32	0,9220	46,28	54,06	0,8740	67,30	74,53
0,9690	19,73	24,22	0,9210	46,74	54,54	0,8730	67,73	74,90
0,9680	20,47	25,11	0,9200	47,20	55,01	0,8720	68,15	75,30
0,9670	21,21	25,99	0,9190	47,65	55,48	0,8710	68,58	75,68
0,9660	21,94	26,85	0,9180	48,11	55,96	0,8700	69,00	76,06
0,9650	22,66	27,71	0,9170	48,56	56,42	0,8690	69,62	76,43
0,9640	23,38	28,55	0,9160	49,02	56,89	0,8680	69,84	76,81
0,9630	24,08	29,38	0,9150	49,47	57,35	0,8670	70,26	77,18
0,9620	24,78	30,21	0,9140	49,92	57,81	0,8660	70,68	77,56
0,9610	25,46	31,30	0,9130	50,37	58,26	0,8650	71,10	77,93
0,9600	26,13	31,78	0,9120	50,82	58,72	0,8640	71,52	78,29
0,9590	26,78	32,54	0,9110	51,26	59,17	0,8630	71,94	78,66
0,9580	27,48	33,29	0,9100	51,71	59,62	0,8620	72,36	79,03
0,9570	28,06	34,02	0,9090	52,16	60,07	0,8610	72,78	79,39
0,9560	28,68	34,74	0,9080	52,60	60,52	0,8600	73,20	79,75
0,9550	29,29	35,44	0,9070	53,05	60,96	0,8590	73,61	80,11
0,9540	29,89	36,13	0,9060	53,49	61,40	0,8580	74,03	80,47
0,9530	30,48	36,80	0,9050	53,93	61,84	0,8570	74,44	80,83
0,9520	31,07	37,47	0,9040	54,37	62,27	0,8560	74,86	81,51
0,9510	31,64	38,13	0,9030	54,80	62,70	0,8550	75,27	81,89
0,9500	32,21	38,77	0,9020	55,24	63,14	0,8540	75,68	81,89

Плот- ность 20°/4°	Содержание спирта (в %)		Плот- ность 20°/4°	Содержание спирта (в %)		Плот- ность 20°/4°	Содержание спирта (в %)	
	весов.	объемн.		весов.	объемн.		весов.	объемн.
0,8530	76,10	82,24	0,8310	84,98	89,47	0,8090	93,29	95,62
8520	76,51	82,59	8300	85,37	89,78	8080	93,65	95,87
8510	76,92	82,94	8290	85,76	90,08	8070	94,01	96,12
8500	77,33	83,26	8280	86,15	90,38	8060	94,36	96,36
8490	77,74	83,68	8270	86,54	90,67	8050	94,72	96,60
8480	78,16	83,97	8260	86,93	90,97	8040	95,07	96,84
8470	78,56	84,31	8250	87,31	91,26	8030	95,42	97,08
8460	78,97	84,65	8240	87,70	91,56	8020	95,77	97,31
0,8450	79,38	84,98	8230	88,08	91,85	8010	96,11	97,54
8440	79,78	85,32	8220	88,46	92,13	8000	96,46	97,76
8430	80,19	85,65	8210	88,85	92,42	7990	96,80	97,99
8420	80,60	85,98	8200	89,23	92,70	7980	97,14	98,21
8410	81,00	86,31	8190	89,60	92,98	7970	97,47	98,42
8400	81,40	86,63	8180	89,98	93,26	7960	97,81	98,64
8390	81,80	86,96	8170	90,35	93,53	7950	98,14	98,85
8380	82,20	87,28	8160	90,73	93,80	7940	98,47	99,06
8370	82,60	87,60	8150	91,10	94,07	7930	98,80	99,26
8360	83,00	87,92	8140	91,47	94,33	7920	99,12	99,47
8350	83,40	88,23	8130	91,83	94,59	7910	99,44	99,66
8340	83,80	88,54	8120	92,20	94,85	7900	99,76	99,86
8330	84,19	88,86	8110	92,56	95,11	7893	100,00	100,00
8320	84,59	89,16	8100	92,93	95,37			

Пересчет количества меди на сахарозу

Меди мг.	Сахарозы мг	Меди мг	Сахарозы мг	Меди мг.	Сахарозы мг	Меди мг	Сахарозы мг	Меди мг	Сахарозы мг	Меди мг	Сахарозы мг
80,8	39,9	125,2	62,3	169,7	85,0	214,0	108,5	258,4	132,4	304,6	158,2
81,7	40,4	126,1	62,7	170,5	85,5	214,9	109,0	259,2	133,0	305,5	158,6
82,6	40,9	127,0	63,2	171,4	85,9	215,8	109,4	260,2	133,5	306,4	159,1
83,5	41,3	127,9	63,6	172,3	86,3	216,7	109,9	261,1	134,0	307,2	159,6
84,4	41,7	128,8	64,1	173,2	86,8	217,6	110,4	262,0	134,4	308,1	160,2
85,2	42,2	129,6	64,5	174,0	87,3	218,4	110,9	262,8	134,9	309,0	160,6
86,1	42,6	130,5	65,0	174,9	87,7	219,3	111,3	263,7	135,4	309,9	161,1
87,0	43,0	131,4	65,5	175,8	88,3	220,2	111,8	264,6	135,8	310,8	161,6
87,9	43,5	132,3	65,8	176,7	88,6	221,1	112,3	265,5	136,3	311,7	162,1
88,8	44,0	133,2	66,3	177,6	89,1	222,0	112,8	266,4	136,8	312,6	162,6
89,7	44,4	134,1	66,8	178,5	89,5	222,9	113,2	267,3	137,3	313,5	163,1
90,6	44,8	135,0	67,3	179,4	90,0	223,8	113,7	268,2	137,8	314,4	163,7
91,5	45,2	135,9	67,6	180,3	90,4	224,7	114,2	269,1	138,2	315,2	164,2
92,3	45,5	136,8	68,1	181,2	90,7	225,6	114,7	270,0	138,8	316,1	164,6
93,2	46,1	137,6	68,6	182,0	91,4	226,4	115,1	270,8	139,3	317,0	165,2
94,1	46,5	138,5	69,1	182,9	91,8	227,3	115,6	271,7	139,7	317,9	165,7
95,0	47,0	139,4	69,9	183,8	92,2	228,2	116,1	272,6	140,2	318,8	166,2
95,9	47,4	140,3	69,9	184,7	92,7	229,1	116,6	273,5	140,7	319,7	166,6
96,8	47,9	141,2	70,4	185,6	93,2	230,0	117,0	274,4	141,2	320,6	167,2
97,7	48,3	142,1	70,9	186,5	93,7	230,9	117,5	275,3	141,6	321,6	167,7
98,6	48,8	143,0	71,3	187,4	94,1	231,3	118,0	276,2	142,1	322,3	168,1
99,4	49,2	143,9	71,9	188,3	94,6	232,7	118,5	277,1	142,6	323,2	168,6
100,3	49,7	144,7	72,2	189,1	95,1	233,5	118,9	277,9	143,1	324,1	169,1
101,2	50,2	145,6	72,7	190,0	95,6	234,4	119,4	278,8	143,6	325,0	169,1
102,1	50,5	146,5	73,0	190,9	96,0	235,3	119,9	279,7	144,1	325,9	170,1
103,0	51,0	147,4	73,5	191,8	96,5	236,2	120,4	280,6	144,7	326,8	170,6

Меди мг	Сахаро- зы мг	Меди мг	Сахаро- зы мг	Меди мг	Сахаро- зы мг	Меди мг	Сахаро- зы мг	Меди мг	Сахаро- зы мг	Меди мг	Сахарозы мг
103,9	51,5	148,3	74,0	192,7	97,0	237,1	120,8	281,5	145,2	327,7	171,2
104,8	52,0	149,2	74,5	193,6	97,5	238,0	121,4	282,4	145,6	328,6	171,7
105,7	52,4	150,1	74,9	194,5	97,9	238,9	121,9	283,3	146,2	329,4	172,1
106,6	52,9	151,0	75,4	195,4	98,4	239,8	122,4	284,2	146,7	330,4	172,7
107,4	53,3	151,8	75,9	196,2	98,9	240,6	122,8	285,0	147,1	331,2	173,2
108,3	53,7	152,7	76,4	197,1	99,4	241,5	123,3	285,9	147,6	332,1	173,7
109,2	54,1	153,6	76,9	198,0	99,8	242,4	123,8	286,8	148,1	333,0	174,3
110,1	54,6	154,5	77,3	198,9	100,3	243,3	124,3	287,7	148,7	333,9	174,8
111,0	55,1	155,4	77,8	199,8	100,8	244,2	124,7	288,6	149,1	334,8	175,3
111,9	55,6	156,3	78,3	200,7	101,8	245,1	125,2	289,5	149,6	335,7	175,8
112,8	56,0	157,2	78,7	201,6	101,7	246,0	125,7	290,4	150,1	336,6	176,3
113,7	56,4	158,1	79,1	202,5	102,2	246,9	126,2	291,3	150,7	337,4	176,8
114,5	56,9	159,0	79,7	203,4	102,7	247,8	126,6	292,2	151,1	338,3	177,4
115,4	57,3	159,8	80,1	204,2	103,2	248,6	127,1	293,0	151,6	339,2	177,8
116,3	57,8	160,7	80,5	205,1	103,6	249,5	127,7	293,3	152,1	340,1	178,5
117,7	58,2	161,6	80,9	206,0	104,1	250,4	128,1	294,8	152,7	341,0	179,0
118,1	58,7	162,5	81,4	206,9	104,6	251,3	128,6	295,7	153,1	341,9	179,4
119,0	59,2	163,4	81,9	207,8	105,1	252,2	129,1	295,6	153,7	342,8	179,9
119,0	60,0	164,3	82,3	208,7	105,5	253,1	129,6	297,5	154,2	343,7	180,5
120,8	60,5	165,2	82,7	209,6	106,0	254,0	130,0	298,4	154,7	344,5	181,0
121,6	60,9	166,1	83,2	210,5	106,5	254,9	130,5	299,3	155,2	345,4	181,4
122,5	61,4	166,9	83,7	211,3	107,0	255,7	131,0	300,1	155,7	346,3	182,0
123,4	61,8	167,8	84,1	212,2	107,4	256,6	131,5	301,0	156,2	347,2	182,5
124,3	61,8	168,7	84,5	213,1	107,9	257,5	131,9	301,9	156,8	348,1	183,0
								302,8	157,2	349,0	183,5
								330,7	157,7	349,9	184,0

ЛИТЕРАТУРА

1. «Научный обзор мол. хозяйства», 1908, вып. 3, стр. 54.
2. Труды Вологодского мол. хоз. института, т. I, вып. 4.
3. Доклады Академии с.-хоз. наук им. В. И. Ленина, вып. 12, 1939.
4. «Научные записки М. И. Сов. кооп. торг.», вып. 1, 1938.
5. «Лабораторная практика», № 7, 1929.
6. Доклады Академии с.-х. наук им. В. И. Ленина, вып. 20, 1939.
7. Труды Вологодского мол. хоз. института, бюллетень 78. 1929.
8. Журнал общей химии, 1931, стр. 163.
9. Труды Ленинградского Н. И. мел. пром., т. II, стр. 72.
10. Труды Ленинградского Н. И. мол. пром., т. I, 1933.
11. Труды Зоот. оп. станции Грузии, вып. 1, 1932.
12. Обзор новой литературы в области мол. хоз., вып. VII. 1930, ВМХИ.
13. Селибер. Об определении летучих жирных кислот, Пет. 1918
14. Труды В. н.-и. институт мол. пром., 1933.
15. Скородумова, Практ. руководство по техн. микр. мол. дела. 1933. стр. 195.
16. Бюллетень Вол. мол.-хоз. института, № 57, 1926.
17. Проблемы животноводства, 1938.
18. Молочное хозяйство, № 9, 1927.
19. Труды Л. Н. И. мол. пром., т. II, 1934.
20. Вопросы питания, № 4, 1935.
21. Труды Л. Н. И. мол. пром., 1933, т. IV, вып. 1.
22. Труды лабор. по изучению белка. Академия с.-х. наук им. В. И. Ленина, вып. 8, 1935.
23. Труды лабор. по изучению белка. Академия с.-х. наук им. В. И. Ленина, вып. 3, 1932.
24. Труды лабор. по изучению белка. Академия с.-х. наук им. В. И. Ленина, вып. 2, 1931.
25. Булгаков, Техно-химический контроль пивоваренного производства, 1939.
26. Бурштейн, Молоко и молочные продукты., 1939.
27. Горяев и Шошин, Исследование молока и продуктов его переработки, 1934.
28. Зарин, Современное состояние методики исследования молока, 1914.
29. Иников, Анализ молока, молочных продуктов, 1933.
30. Розанов, Краткое руководство для лаборанта сыр-маслодельного за- вода, 1943
31. Смеловская, Приготовление титрованных растворов. 1932.
32. Хлопин, Методы санитарных исследований, т. II, 1929.
33. Молоко и молочные продукты. Методы испытания ГОСТ 3622-47-3630-47; Сборник стандартов. 1947.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Предисловие	3
-----------------------	---

ЦЕЛЬНОЕ КОРОВЬЕ МОЛОКО

I. Общие правила отбора и сохранения образцов молока для анализа	5
--	---

1. Отбор проб молока в местах его получения, переработки и отпуска потребителям	8
а) В местах получения — на животноводческих фермах	8
б) На сливных пунктах и низовых заводах	9
в) На сепараторных пунктах, маслодельных заводах	11
г) На молочных заводах	11
д) В местах отпуска и продажи молока	12
е) Взятие пробы молока, подозреваемого в фальсификации	13
2. Хранение и транспортировка проб молока	13
3. Подготовка проб молока к анализу	13

II. Химическое исследование составных частей молока	14
---	----

1. Определение жира	14
а) Кислотный метод	14
б) Щелочные методы («салеовые»)	19
в) Бесцентрифужный метод Инихова	21
г) Весовой метод	22
2. Определение белковых веществ	23
а) Определение общего количества белков	23
б) Определение казеина	29
в) Определение альбумина (альбуминной фракции)	32
г) Определение отдельных азотистых веществ	34
д) Определение азота аминокислот	36
3. Определение альдегидного числа молока	42
4. Определение молочного сахара	42
а) Рефрактометрический метод	42
б) Химические методы	50
5. Определение золы	55
6. Определение кальция, магния, калия и натрия	56
а) Определение окиси кальция	57
б) Определение окиси магния	59
в) Определение общего количества щелочных металлов	60
г) Определение калия (в форме K_2O)	60
д) Определение натрия (в форме Na_2O)	63

7.	Определение железа	63
8.	Определение хлоридов	65
9.	Определение хлорсахарного числа	66
10.	Определение лецитина	66
11.	Определение иода	67
12.	Определение молочной кислоты	68
13.	Определение серной кислоты	70
14.	Определение лимонной кислоты	71
15.	Определение фосфорной кислоты	75
	а) Общее количество	75
	б) В неорганических и органических соединениях молока	78
16.	Определение молочной и летучих жирных кислот	79
17.	Определение сухого остатка молока	86
18.	Определение сухого обезжиренного остатка молока	88
19.	Определение растворимых составных частей молока	91
20.	Определение щелочности золы	91
21.	Определение кислотности	91
	а) Градусы кислотности	91
	б) Определение «активной» кислотности (концентрации водородных ионов)	96
III. Исследование биохимических свойств молока		108
1.	Взятие пробы	108
2.	Определение свежести молока двойным титрованием — метод Королева и Панфилова	108
3.	Градусы свежести по Инихову	109
4.	Ализароловая проба	110
5.	Бромтимоловая проба	110
6.	Проба на кипячение	111
7.	Кислотно-кипятильная проба — метод Войткевича	111
8.	Алкогольная проба	111
9.	Алкогольное число	112
10.	Кислотная проба	113
11.	Определение каталазы	113
12.	Редуктазная проба	117
13.	Определение пероксидазы	119
14.	Лактоальбуминовая проба	121
15.	Определение длительной пастеризации молока	121
16.	Определение амилазы	122
17.	Проба на брожение	122
18.	Сычужно-бродильная проба	124
19.	Лейкоцитная проба	126
20.	Открытие крови и гноя	127
21.	Аммиачная проба	128
22.	Витамины	128
	а) Определение витамина С	128
	б) Определение каротина (провитамина А)	131
	в) Определение каротина упрощенным методом Слесаревой	133
	г) Определение витамина А	134
IV. Исследование физико-коллоидных свойств молока		135
1.	Определение плотности молока	135
2.	Определение плотности свернувшегося молока	140
3.	Определение плотности сухого остатка молока	141
4.	Определение коэффициента преломления	141
5.	Определение температуры замерзания — метод криоскопии	142
6.	Определение электропроводности	146
7.	Определение вязкости в вискозиметре	151
8.	Определение поверхности натяжения сталагмометрическим методом	152

9. Определение числа и величины жировых шариков	152
10. Определение теплоемкости	157
11. Определение сычужной свертываемости молока	158
12. Определение желатинизации молока методом Ионина	158
13. Определение стойкости молока при нагревании	158
14. Определение буферности и буферной емкости	59
15. Определение изоэлектрической точки белков молока	160
16. Определение посторонних веществ и примесей в молоке	160
17. Установление наличия консервирующих веществ	163
18. Открытие соды	163
19. Открытие борной кислоты и буры	164
20. Открытие формалина	165
21. Открытие салициловой кислоты	166
22. Открытие двухромовокалиевой соли	166
23. Открытие перекиси водорода	166
24. Открытие бензойной кислоты	167
25. Открытие крахмала или муки	168
26. Открытие свекловичного сахара	169
27. Открытие азотнокислых солей	169
28. Открытие красящих веществ	170
29. Микроскопическое исследование молока	170
30. Определение мышьяка	172
31. Открытие примеси другого рода молока	174
32. Открытие козьего молока	175
33. Открытие женского молока	176
34. Открытие фальсификации молока	176
а) Разбавление молока водой	176
б) Поднятие жира или разбавление обезжиренным молоком	179
в) Одновременное поднятие жира и разбавление водой	181
г) Прибавление пахты, сыворотки	183
д) Прибавление посторонних веществ	183
35. Молоко овцы	183
36. Молоко шоколадное и молоко с кофе	184

ОБЕЗЖИРЕННОЕ МОЛОКО

1. Отбор пробы	185
2. Определение жира	185
3. Определение плотности	186
4. Определение других составных частей и физических свойств	188

ПАХТА

1. Взятие пробы и подготовка для анализа	189
2. Определение жира	189
3. Определение других составных частей и физических свойств	189

СЫВОРОТКА

1. Взятие пробы	190
2. Определение жира	190
3. Определение сухого остатка	190
4. Определение других составных частей	191

ЖЕЛЕ

1. Взятие пробы	192
2. Определение процента жира	192
3. Определение свекловичного сахара	193

КИСЕЛЬ МОЛОЧНЫЙ ИЛИ СЫВОРОТОЧНЫЙ

193

МОЛОЧНЫЙ КВАС

193

СЛИВКИ

1. Взятие пробы	194
2. Определение кислотности	195
3. Определение процентного содержания жира	196
4. Определение жира в гомогенизированных сливках	199
5. Определение белков, молочного сахара и пр.	200
6. Определение выхода сливок	200
7. Определение степени обезжиривания молока	200

МОРОЖЕНОЕ

1. Отбор и подготовка проб к анализу	201
2. Определение содержания жира	202
3. Определение процентного содержания сухих веществ	202
4. Определение свекловичного сахара	204
5. Определение процентного содержания белковых веществ	206
6. Определение кислотности	206
7. Определение взбитости мороженого	208
8. Определение вязкости и поверхностного натяжения	209
9. Определение степени эмульсации жира в смеси	209

КИСЛО-МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

I. Простокваша	210
1. Отбор образцов и подготовка проб для анализа	210
2. Определение кислотности	210
3. Определение процентного содержания жира	210
4. Определение других составных частей	211
II. Кефир и кумыс	211
1. Отбор образцов и подготовка проб к анализу	211
2. Определение кислотности	211
3. Определение процентного содержания жира	212
4. Определение плотности	212
5. Определение азотистых веществ	212
6. Определение содержания спирта	213
7. Определение других составных частей	216
8. Определение углекислоты	216
III. Закваски молочнокислых бактерий	218
1. Определение кислотности	218
2. Определение чистоты закваски	218
3. Определение ацетилметилкарбинола (ацетонна) вместе с диацетилом	218
4. Определение диацетила и ацетонна в отдельности	219
5. Определение содержания летучих кислот	219
6. Определение содержания отдельных летучих кислот	220
7. Определение содержания эфиров	220
IV. Сметана	220
1. Отбор и подготовка проб к анализу	220
2. Определение процентного содержания жира	221
3. Определение кислотности	221
4. Определение содержания других составных частей	221

V. Творог, творожная масса, сырки, торты	222
1. Отбор образцов и подготовка проб к анализу	222
2. Определение кислотности	222
3. Определение процентного содержания воды	222
4. Определение процентного содержания жира	224
5. Определение процентного содержания поваренной соли	225
6. Определение процентного содержания свекловичного сахара	226
7. Определение присутствия сахара	227
VI. Сухой творог	227
МОЛОЧНЫЕ КОНСЕРВЫ	
I. Отбор проб	228
II. Сгущенное молоко с сахаром	228
1. Взятие проб для анализа	228
2. Подготовка пробы для анализа	229
3. Определение процентного содержания воды	229
4. Определение процентного содержания сухого остатка	232
5. Определение процентного содержания жира	232
6. Определение процентного содержания свекловичного и молочного сахаров	232
7. Определение общей кислотности	242
8. Определение общего количества белковых веществ	242
9. Определение процентного содержания минеральных веществ (зола)	242
10. Определение концентрации сахарозы	242
11. Определение плотности	242
12. Определение вязкости	243
13. Определение количества и величины кристаллов молочного сахара	247
III. Сгущенное молоко с кофе и какао	248
1. Подготовка пробы	248
2. Определение процентного содержания жира	248
3. Определение кислотности	249
IV. Сгущенное обезжиренное молоко с сахаром	249
1. Взятие пробы	249
2. Подготовка пробы для анализа	250
3. Определение процентного содержания воды	250
4. Определение кислотности	251
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	251
6. Определение концентрации сахарозы	252
V. Сгущенные сливки с сахаром	252
1. Взятие пробы и подготовка ее анализа	252
2. Определение процентного содержания воды	253
3. Определение процентного содержания жира	253
4. Определение кислотности	253
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	253
VI. Стерилизованное сгущенное молоко	255
1. Взятие и подготовка проб для анализа	255
2. Определение процентного содержания воды, жира, белков, молочного сахара, кислотности	255
VII. Сухое цельное молоко	256
1. Взятие и подготовка проб для анализа	256
2. Определение процентного содержания воды	256
3. Определение процентного содержания жира	257
4. Определение общей кислотности	257

5. Определение процентного содержания молочного сахара	258
6. Определение растворимости	259
7. Определение процентного содержания общего количества белков	261
8. Определение золы	261

VIII. Сухое обезжиренное молоко	261
---	-----

IX. Сухие сливки с сахаром и без сахара	262
---	-----

1. Отбор и подготовка проб для анализа	262
2. Определение процентного содержания воды	262
3. Определение процентного содержания жира	263
4. Определение кислотности	263
5. Определение процентного содержания свекловичного сахара	263
6. Определение герметичности жестяных банок	265
7. Определение стерильности	265
8. Открытие консервирующих и посторонних веществ	266

МОЛОЧНЫЕ СОЛОДОВЫЕ ПРОДУКТЫ

I. Солод	267
--------------------	-----

1. Определение процентного содержания воды	267
2. Определение диастатической силы	267

II. Солодовый экстракт	269
----------------------------------	-----

1. Определение окончания процесса осоложивания	269
2. Определение процентного содержания сухого остатка	269
3. Определение кислотности	270
4. Определение процентного содержания мальтозы	270
5. Определение процентного содержания декстринов	270

III. Солодовое молоко	271
---------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	271
2. Определение процентного содержания жира	271

IV. Солодовое суфле	273
-------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	273
2. Определение процентного содержания жира	273
3. Определение процентного содержания свекловичного сахара	274

V. Сгущенное солодовое молоко	276
---	-----

1. Определение процентного содержания сухого остатка	276
2. Определение процентного содержания жира	276
3. Определение процентного содержания свекловичного сахара	276

VI. Сухое солодовое молоко	277
--------------------------------------	-----

1. Определение процентного содержания воды	277
2. Определение процентного содержания жира	277
3. Определение общей кислотности	278
4. Определение процентного содержания золы	278
5. Определение процентного содержания белков	278
6. Определение общего количества углеводов	278

VII. Сухой солодовый сахар	279
--------------------------------------	-----

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

I. Атомные веса элементов	304
-------------------------------------	-----

II. Нормальный вес (в г) соединений, встречающихся в анализе	305
--	-----

III. Процентное содержание серной кислоты при различной плотности ее	307
--	-----

IV. Процентное содержание азотной кислоты при различной плотности ее	308
V. Процентное содержание соляной кислоты при различной плотности ее	309
VI. Процентное содержание аммиака при различной плотности его ра- створов	309
VII. Процентное содержание едкого натрия при различной плотности его растворов	309
VIII. Процентное содержание хлористого натрия при различной плотности его растворов	310
IX. Процентное содержание хлористого кальция при различной плотности его растворов	310
X. Процентное содержание спирта при различной плотности его растворов	311
XI. Пересчет количества меди на сахарозу	313

Набрано и отпечатано в типолитографии
Министерства мясной и молочной промыш-
ленности СССР. Переплетные работы про-
изведены типографией Госэнергоиздата.

Редактор *Г. А. Свистунов*

Техн. редактор *Е. И. Кисина*

Л147008 Сдано в набор 21/IX 1948 г. Подписано к печати 27/V 1949 г.
Объем 201 $\frac{1}{4}$ п. л. Уч. изд. л. 20,2 Формат 60×92/16 Знак. в печ. л. 44688
Тираж 10000 Цена 11 руб. Заказ 2427

В КНИГЕ

Стр.	Стр.
17	23
17	28
29	5
53	12
68	11
78	19
87	15
105	10
128	6
140	5
158	1
162	3
235	2
298	табл.
299	ка

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

в книге Инихова и Брио «Анализ молочных продуктов»

Стр.	Строка	Напечатано	Следует читать
17	23 св.	0,1% жира, а крупное— целому проценту	0,1 г, а крупное 1 г жира в 100 мл молока
17	28 св.	3,4% жира	3,4 г жира в 100 мл
29	5 св.	0,01 мл N	0,01 мг N
53	12 св.	$\text{Cu}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{SO}_4)$	$\text{Cu}_2\text{O} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
68	11 св.	содержащегося в 1 мл 10γ	содержащего в 1 мл 100γ
78	19 св.	1 P_2O_5	$\frac{1}{4} \text{P}_2\text{O}_5$
87	15 св.	$x = 100 - \frac{b-a}{s} 100$	$x = \frac{b-a}{s} 100$
105	10 св.	$\text{pH} = \lg x$	$\text{pH} = -\lg x$
128	6 св.	трихлорида	хлористого иода
140	5 св.	на зарубке	на третьей зарубке
158	10 св.	считается началом свертывания	считается началом опыта
162	33 св	от степени загрязненности фильтрата	от степени загрязненности фильтра
235	21 св.	$\frac{b+4s}{S}$	$\frac{b+4s}{5}$
298	табл. 57 колонка 3 и 7	$\text{NaHPO}_4; \text{NO}_2\text{HPO}_4$	Na_2HPO_4
299	35 св.	Установка титра 0,01 N раствора соли Мора (3,92 г на 1 л) производится	Установка титра раствора 2,6-дихлорфенолиндифенола производится

